



PENGHASILAN GENTIAN A-A1208 TULEN
BAGI APLIKASI KOMPOSIT

DR. HASMALIZA MOHAMAD

UNIVERSITI SAINS MALAYSIA
KAMPUS KEJURUTERAAN
2008



Laporan Akhir Projek Penyelidikan Jangka Pendek

Penghasilan Gentian α - Al_2O_3 Tulen bagi Aplikasi Komposit

oleh
Dr. Hasmaliza Mohamad

LAPORAN AKHIR PROJEK PENYELIDIKAN JANGKA PENDEK

FINAL REPORT OF SHORT TERM RESEARCH PROJECT

Sila kemukakan laporan akhir ini melalui Jawatankuasa Penyelidikan di Pusat Pengajian dan Dekan/Pengarah/Ketua Jabatan kepada Pejabat Pelantar Penyelidikan

1. Nama Ketua Penyelidik: HASMALIZA MOHAMAD

Name of Research Leader

☐ Profesor Madya/
Assoc. Prof.

☒ Dr./
Dr.

☐ Encik/Puan/Cik
Mr/Mrs/Ms

DITERIMA
16 MAY 2008
UNIT EITD
Universiti Sains Malaysia

2. Pusat Tanggungjawab (PTJ):

School/Department

Pusat Pengajian Kejuruteraan Bahan Dan Sumber Mineral

3. Nama Penyelidik Bersama:

Name of Co-Researcher

4. Tajuk Projek: Penghasilan Gentian α -Al₂O₃ Tulen bagi Aplikasi Komposit.

Title of Project

5. Ringkasan Penilaian/Summary of Assessment:

	Tidak Mencukupi Inadequate		Boleh Diterima Acceptable	Sangat Baik Very Good	
	1	2	3	4	5
i) Pencapaian objektif projek: Achievement of project objectives	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
ii) Kualiti output: Quality of outputs	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
iii) Kualiti impak: Quality of impacts	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
iv) Pemindahan teknologi/potensi pengkomersialan: Technology transfer/commercialization potential	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
v) Kualiti dan usahasama : Quality and intensity of collaboration	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
vi) Penilaian kepentingan secara keseluruhan: Overall assessment of benefits	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>

6. Abstrak Penyelidikan

(Perlu disediakan di antara 100 - 200 perkataan di dalam Bahasa Malaysia dan juga Bahasa Inggeris. Abstrak ini akan dimuatkan dalam Laporan Tahunan Bahagian Penyelidikan & Inovasi sebagai satu cara untuk menyampaikan dapatan projek tuan/puan kepada pihak Universiti & masyarakat luar).

Abstract of Research

(An abstract of between 100 and 200 words must be prepared in Bahasa Malaysia and in English).

This abstract will be included in the Annual Report of the Research and Innovation Section at a later date as a means of presenting the project findings of the researcher/s to the University and the community at large)

Rujuk Lampiran I: Abstrak Penyelidikan

7. Sila sediakan laporan teknikal lengkap yang menerangkan keseluruhan projek ini.

[Sila gunakan kertas berasingan]

Applicant are required to prepare a Comprehensive Technical Report explaining the project.

(This report must be appended separately)

Rujuk Lampiran II: Laporan Teknikal

Senaraikan kata kunci yang mencerminkan penyelidikan anda:

List the key words that reflects your research:

Bahasa Malaysia

Bahasa Inggeris

Gentian alumina
Sol -gel
Aluminium isopropoksida

Alumina Fiber
Sol-Gel
Aluminium isopropoxide

8. Output dan Faedah Projek

Output and Benefits of Project

(a) * Penerbitan Jurnal

Publication of Journals

(Sila nyatakan jenis, tajuk, pengarang/editor, tahun terbitan dan di mana telah diterbit/diserahkan)

(State type, title, author/editor, publication year and where it has been published/submitted)

• Proceeding

Hasmaliza Mohamad, Ahmad Fauzi Mohd Noor & Zainal Arifin Ahmad,
"Influence Of Alkoxide Molar Ratio On Rheological Study of Alumina Sol For Fibre Preparation", (1-6 July 2007), *International Conference On Materials For Advanced Tehnologies, Sinagapore.*

- (b) **Faedah-faedah lain seperti perkembangan produk, pengkomersialan produk/pendaftaran paten atau impak kepada dasar dan masyarakat.**

State other benefits such as product development, product commercialisation/patent registration or impact on source and society.

Dalam penyelidikan ini, gentian tulen alumina telah berjaya dihasilkan daripada aturan isopropoksida melalui kaedah sol gel. Analisis pencirian ke atas produk gentian alumina ini membuktikan bahawa gentian alumina yang terhasil mempunyai sifat-sifat optimum iaitu mempunyai sifat bolehlentur, permukaan yang licin dan berdiameter antara 10-20 μm dengan saiz ira 2-3 μm . Gentian tersebut telah diaplikasikan di dalam komposit matriks logam (KML). Berdasarkan hasil pencirian yang telah dijalankan, didapati KML yang dihasilkan dengan gentian daripada kajian membuktikan ianya mempunyai sifat-sifat yang setanding dengan gentian komersial malah kos bahan mentahnya adalah lebih murah daripada gentian komersial. Melalui perbandingan yang telah dibuat dengan salah satu gentian komersial iaitu Saffil, didapati sifat-sifatnya adalah lebih baik dan ini menunjukkan gentian yang dihasilkan berpotensi untuk dikomersialkan. Walau bagaimanapun, kajian lanjutan yang teliti harus dijalankan ke atas produk ini, agar ianya dapat dihasilkan dalam kuantiti yang banyak (mass production). Justeru itu, hasil kajian ini telah dihantar untuk menyertai Malaysia Teknologi Ekspo kali ke-6 pada 29-31 Mac 2007 dan telah berjaya memperolehi Pingat Gangsa. Kejayaan tersebut diharap dapat memberi impak kepada masyarakat, terutamanya pihak-pihak industri agar wujudnya jalinan kerjasama diantara pihak universiti dan juga industri amnya.

(c) **Latihan Sumber Manusia**

Training in Human Resources

i) **Pelajar Sarjana:**

Graduates Students

(Perincikan nama, ijazah dan status)

(Provide names, degrees and status)

- Projek Tahun Akhir (2005/2006)-Neoh Eng Suan (Kejuruteraan Bahan) Kesan Nisbah Aspek Gentian Ke Atas Sistem Komposit $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}$.
- Pembantu penyelidik kontrak- Pn. Suhaina Ismail

(d) **Perlatan yang dibeli**

Tiada

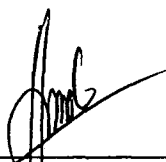

Tandatangan Penyelidik
Signature of Researcher

23/4/08
Tarikh
Date

Komen Jawatankuasa Penyelidikan Pusat Pengajian/Pusat
Comments by the Research Committees of Schools/Centres

Projek ini telah dijalankan dan disempurnakan dengan baik. Ia telah berhasil dan berjaya mendapatkan perhatian alumni - 2 yang disasarkan.

Namun begitu tiada lagi penerbitan sama ada di konferens atau journal yang telah diterbitkan.



**TANDATANGAN PENERUSI
JAWATANKUASA PENYELIDIKAN
PUSAT PENGAJIAN/PUSAT**
Signature of Chairman
[Research Committee of School/Centre]

15-5-08

Tarikh
Date

Penghasilan Gentian α -Al₂O₃ Tulen Bagi Aplikasi Komposit**ABSTRAK**

Penghasilan gentian α -Al₂O₃ tulen dari aturan isopropoksida melalui kaedah sol gel telah dijalankan dan pengaruhnya dalam aplikasi komposit matrik logam telah dikaji. Di dalam kajian ini, kaedah sol gel telah dipilih kerana ianya mempunyai beberapa kelebihan seperti suhu pemprosesan yang rendah serta mampu menghasilkan produk yang homogen. Bahan mentah yang digunakan di dalam kajian ini ialah serbuk aluminium isopropoxide (ALP) dan sol akues aluminium nonahidrat (ALN) yang bertindak sebagai bahan pelarut. Kos bahan mentah yang terlibat adalah lebih murah iaitu mempunyai perbezaan hampir sekali ganda lebih murah daripada kos bahan mentah (aluminium butoksida sekunder) bagi gentian alumina komersial. Bagi menghasilkan komposisi yang terbaik untuk penghasilan gentian α -Al₂O₃ tulen, beberapa parameter telah dikaji iaitu dengan mempelbagaikan kemolaran ALN dari 0.25, 0.5 dan 1.0 M, nisbah molar ALP/ALN kepada 1.0, 3.0, 3.5, 4.0, 5.0 serta masa pengadukan dari 18 dan 24 jam. Keputusan menunjukkan sol dengan kemolaran 0.5 M ALN dan nisbah molar ALP/ALN 3 serta tempoh adukan selama 24 jam memberikan sol yang bersifat boleh mejam paling stabil. Kajian reologi pula menunjukkan sol mempunyai sifat Newtonan diawal penghasilan dan kekal sifat tersebut sehingga mencapai kelikatan boleh mejam sekitar 70 P. Proses mejam telah dijalankan dengan menggunakan bikar mejam yang mempunyai 180 lubang dengan diameter 0.4 mm pada kelajuan motor antara 2000-2500 rpm. Gentian alumina yang terhasil akan dikalsin pada julat suhu 500-1200°C. Pencirian ke atas produk dianalisa dengan menggunakan TG/DTA, XRD dan SEM. Gentian yang terhasil mempunyai sifat-sifat optimum iaitu mempunyai sifat boleh lentur, permukaan yang licin dan berdiameter diantara 10-20 μ m dengan saiz ira antara 2-3 μ m. Gentian ini kemudiannya diaplikasikan di dalam KML dengan matriks aluminium pada nisbah berat gentian dan matriks sebanyak 10:90 melalui kaedah penekanan serbuk logam. Perbandingan dilakukan ke atas sifat KML dengan menggunakan gentian yang dihasilkan di dalam kajian ini dengan gentian komersial iaitu Almax, Japan dan Saffil, USA. Pencirian ke atas KML yang dijalankan termasuklah ujian pengembangan isipadu, ujian ketumpatan pukal dan keliangan ketara, XRD, ujian kelenturan tiga titik dan ujian kekerasan (Vickers). Secara keseluruhannya keputusan menunjukkan KML dengan gentian yang dihasilkan dari kajian mempunyai keupayaan atau sifat-sifat yang tidak jauh berbeza dengan gentian lain malah bagi nilai kekuatan alah dan kekerasan ianya lebih baik berbanding dengan salah satu gentian komersial yang dikaji iaitu Saffil. Ini menunjukkan gentian yang dihasilkan berpotensi untuk dikembangkan serta dimajukan secara komersial.

Production of Pure α -Al₂O₃ Fiber for Composite Application**ABSTRACT**

Production of pure α -Al₂O₃ from isopropoxide route via sol gel method has been carried out and its properties on composite application were studied. In this study, a sol gel method was chosen because it has numerous advantages such as low processing temperature and can produce a homogenous product. In this study, the raw materials used were aluminium isopropoxide (ALP) in powder form and an aqueous sol of aluminium nonahidrat (ALN) act as a solvent. Cost of the raw materials are more cheaper than a raw material (aluminium butoksida sekunder) of commercial alumina fiber. To obtain the best composition for producing α -Al₂O₃ fiber, various parameters were studied by a variation of ALN molarity from 0.25, 0.5 and 1.0 M, molar ratio of ALP/ALN at 1.0, 3.0, 5.0 and stirring time from 18 and 24 hours. The result showed that, the sol with 0.5 M ALN and ALP/ALN molar ratio 3 with 24 hours stirring time gave the most stable spinnability. Rheology study also showed that a sol have a Newtonian behaviour at the early production which is stable with a spinning viscosity at 70 P. The spinning process was done by using a beaker with 180 holes with 0.4 mm diameter at 2000-2500 rpm motor speed. The green fibers were then calcined at range 500-1200°C. Characterization of the fibers were done by using FTIR, TG/DTA, XRD, XRF and SEM. Produced α -Al₂O₃ have an optimum properties such as flexibility properties, smooth surface with 10-20 μ m diameter grain sizes between 2-3 μ m. Then, it were applied into metal matrix composite with fiber weight and matrix ratio at 10:90 and compacted by powder metallurgy method. Comparison between MMC with fiber produce and commercial alumina fibers; Almax, Japan and Saffil, USA were done. Characterization on MMC's were volume expansion, bulk density and porosity, XRD, 3-point bend test and hardness. Overall, it showed that the MMC with produced fiber have a similarity properties with other fibers. In other instance, the yield strength and hardness value were better compared to one of commercial fiber used i.e Saffil fibers. This means that the fibers have the capability and potential to be produced commercially.



UNIVERSITI SAINS MALAYSIA

LAPORAN TEKNIKAL PROJEK PENYELIDIKAN JANGKA PENDEK

PENGHASILAN GENTIAN α -Al₂O₃ TULEN BAGI APLIKASI KOMPOSIT

Disediakan oleh

Dr HASMALIZA MOHAMAD

**PUSAT PENGAJIAN KEJURUTERAAN BAHAN
DAN SUMBER MINERAL
UNIVERSITI SAINS MALAYSIA
KAMPUS KEJURUTERAAN
14300 NIBONG TEBAL
PULAU PINANG**

Laporan akhir yang diserahkan kepada

PEJABAT PELANTAR PENYELIDIKAN

UNIVERSITI SAINS MALAYSIA

APRIL 2008

1. PENGENALAN

1.1 Pendahuluan

Di antara pelbagai gentian oksida seramik, gentian alumina menjanjikan sifat-sifat mekanik yang baik dan kekal dengan sifat tersebut pada suhu yang tinggi. Gentian alumina merupakan bahan kejuruteraan yang penting disebabkan oleh kekuatan serta modulus Young yang tinggi, rintangan terhadap logam-logam lebur serta tidak bertindakbalas dalam atmosfera pengoksidaan dan penurunan sehingga suhu 1000°C [Allahverdi et al., 1995]. Sebagai contoh, salah satu gentian alumina komersial yang dinamakan gentian alumina-FP, mempunyai kekuatan setinggi 1400 MPa pada suhu bilik dan kekuatannya kekal sebanyak lebih kurang ~90% pada suhu 1000 °C.

1.2 Identifikasi Masalah

Permasalahan utama bagi gentian alumina yang sedia ada ialah ianya tidak mempunyai nilai yang ekonomi dari aspek bahan mentah mahupun produk yang terhasil. Merujuk kepada kajian-kajian yang terdahulu, terdapat pelbagai jenis bahan mula yang telah berjaya digunakan bagi penyediaan alumina seperti aturan alkoksida yang merupakan aturan yang paling biasa dan digemari oleh penyelidik dalam menghasilkan gentian alumina. Namun demikian, aturan tersebut memerlukan beberapa langkah pemprosesan dan sedikit perubahan perlu dilakukan ke atas bahan mentah yang digunakan.

Secara umumnya, aluminium alkoksida yang digunakan mempunyai ketulenan yang tinggi dan mudah untuk merubah bentuk kepada oksida dan juga boleh menghasilkan sol yang homogen. Walau bagaimanapun, serbuk aluminium isopropoksida (ALP) dilaporkan mempunyai kadar keterlarutan yang rendah dan kesesuaian pelarut yang amat terhad. Kajian terdahulu melaporkan sistem aluminium isopropoksida tidak sesuai untuk penghasilan gentian alumina. Oleh itu, adalah baik sekiranya pencarian bahan pemula bagi aturan alkoksida dalam penghasilan gentian alumina diterokai.

1.3 Kepentingan Kajian

Pelarut yang sesuai bagi ALP telah berjaya diterokai dengan menggunakan aluminium nitrat nonahidrat (ALN). Tambahan pula aluminium isopropoksida adalah lebih ekonomi

daripada butoksida sekunder. Gentian alumina telah berjaya disintesis dan strukturnya menawarkan sifat-sifat dan ciri-ciri yang baik dan dan ianya boleh diaplikasikan sebagai komponen tetulang terutamanya di dalam KML. Kos bahan mentah serta kos pemprosesan yang tinggi khususnya bagi penghasilan gentian $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ yang digunakan dalam komposit menyebabkan penggunaan KML adalah terhad. Oleh itu, penyelidikan ini dijalankan bertujuan untuk mengurangkan kos gentian $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ yang dihasilkan iaitu melalui pengurangan kos bahan mentah utama. Kepentingan sebenar kajian ini dijalankan adalah untuk mengatasi masalah penggunaan kos yang tinggi semasa penghasilan gentian alumina dan secara tidak langsung menghasilkan produk tersebut secara komersial.

1.4 Objektif Penyelidikan

Objektif utama penyelidikan adalah seperti berikut:.

- i) Menghasilkan gentian α -alumina tulen dengan kos bahan mentah utama serta kaedah pemprosesan yang lebih rendah dengan sifat-sifat yang setanding dengan gentian komersial.
- ii) Menghasilkan gentian alumina yang mempunyai kekuatan mekanikal yang tinggi serta berpotensi digunakan sebagai penguat di dalam komposit matriks logam dan seramik yang sesuai digunakan di dalam bidang struktur yang memerlukan kekuatan yang tinggi serta ringan.

1.5 Skop Penyelidikan

Penyelidikan yang dijalankan terbahagi kepada dua bahagian iaitu Bahagian A (penghasilan dan pencirian gentian $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$) dan Bahagian B (penghasilan Komposit Matriks Logam, KML). Dalam Bahagian A, kaedah sol-gel digunakan untuk menghasilkan gentian alumina menggunakan aturan alkoksida (iaitu aluminium isopropoksida) bagi membuktikan bahawa sistem ini berupaya menghasilkan gentian α -alumina.

Kajian menekankan pada sifat-sifat sol bahan mula alumina bagi mendapatkan komposisi yang terbaik untuk menghasilkan gentian. Ini termasuklah menilai dan memilih pelarut yang sesuai untuk aluminium isopropoksida. Pengoptimuman parameter telah dilakukan sebelum penghasilan gentian alumina dilakukan dan penciriannya dijalankan. Dalam Bahagian B pula, kajian diteruskan dengan mengaplikasikan gentian

yang telah dihasilkan ke dalam suatu sistem KML yang dipilih. Perbandingan dilakukan ke atas sistem komposit menggunakan gentian $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ yang dihasilkan dalam Bahagian A dengan gentian yang telah dihasilkan daripada aturan lain (aturan aluminium monoasetat) serta dua gentian komersial iaitu Almax (Almax, Japan) dan Saffil (Saffil, USA).

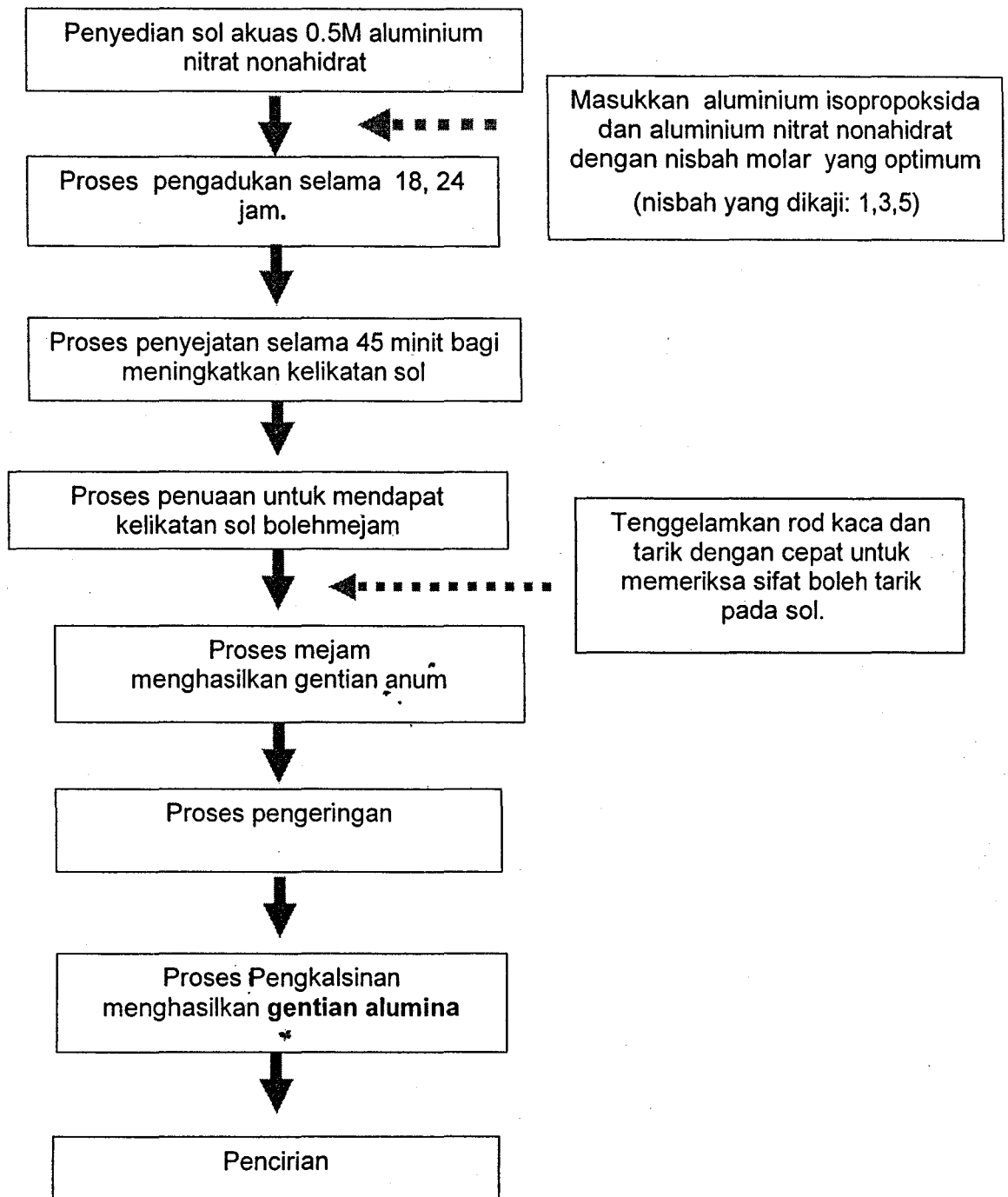
Tahap-tahap pemprosesan bagi menghasilkan gentian menggunakan kaedah sol-gel ialah:

- i) Penghasilan sol bahan mula dengan pempolimeran linear bersifat boleh mejam).
- ii) Penyejatan bagi menghasilkan sol likat.
- iii) Proses mejam sol likat untuk menghasilkan gentian anum / gentian gel.
- iv) Pengkalsinan bagi menghasilkan gentian oksida.

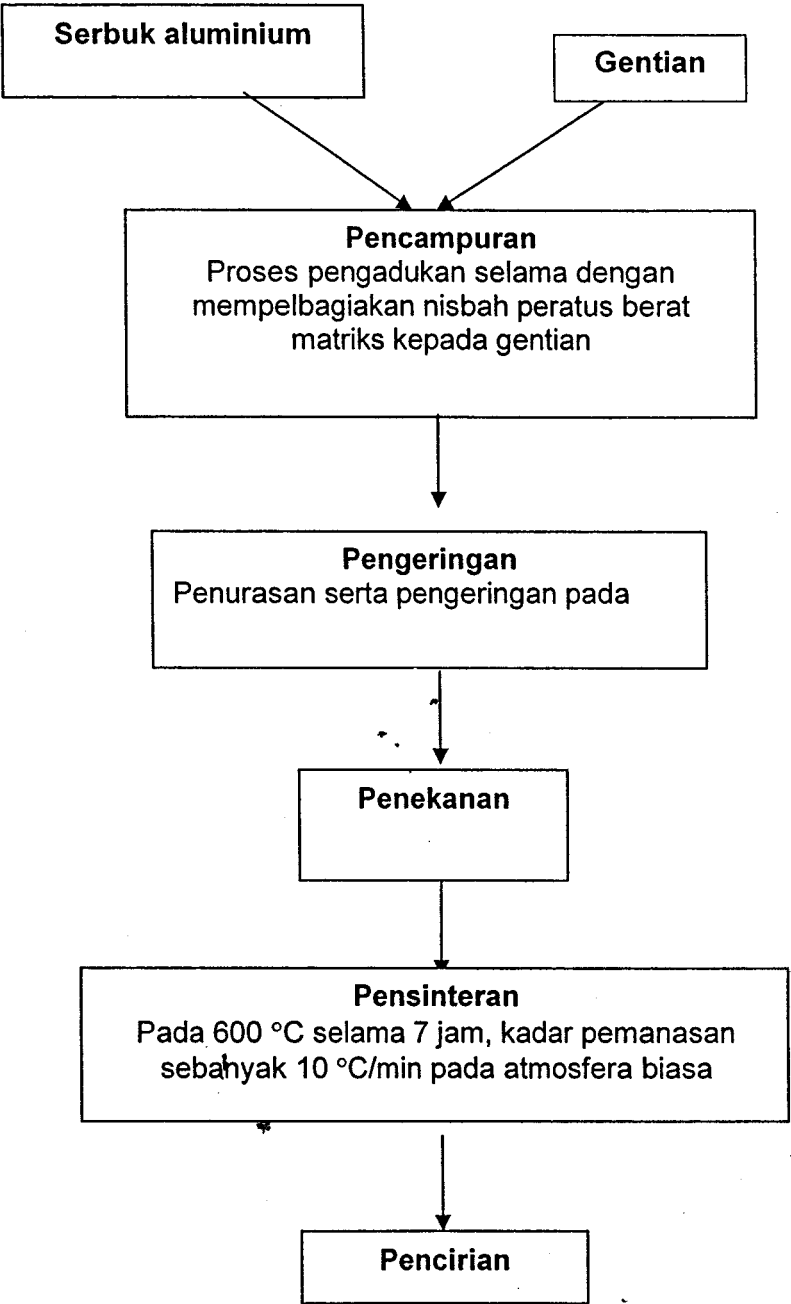
Seterusnya, gentian yang dihasilkan akan digunakan sebagai tetulang dalam matriks logam iaitu serbuk aluminium. KML dihasilkan melalui kaedah metalurgi serbuk dengan melalui beberapa tahap pemprosesan iaitu:

- i) Pencampuran dan pengeringan.
- ii) Penekanan.
- iii) Pensinteran.

Cartalir keseluruhan proses yang dijalankan dalam kajian ditunjukkan dalam Rajah 1.1 dan 1.2



Rajah 1.1: Cartalir tatacara eksperimen bagi menghasilkan gentian.



Rajah 1.2: Cartalir tatacara eksperimen bagi menghasilkan komposit.

2. LATAR BELAKANG KAJIAN

2.1 Pendahuluan

Gentian seramik merupakan satu bahan yang mempunyai kegunaan yang berbeza-beza. Contohnya bahan komposit yang matriksnya terdiri daripada logam atau pun seramik juga diperkuatkan dengan gentian seramik [Radmila & Radoslav, 2001]. Gentian seramik boleh dihasilkan melalui kaedah mejam likat, penyemperitan, mendapan wap, transformasi secara kimia, pirolisis polimer dan kaedah sol-gel [McColm & Clark, 1988].

Gentian yang dihasilkan dengan kaedah mendapan wap kimia (CVD) mula dikembangkan pada awal 1960an dengan saiz diameter sekitar 140 μm . Gentian tersebut mempunyai sifat-sifat mekanik yang baik tetapi melibatkan kos yang tinggi. Gentian jenis ini secara umumnya tidak dipertimbangkan bagi pengukuhan komposit seramik kerana diameternya yang besar akan menyumbang kepada penjambatan retakan dalam matriks seramik [Bunsell, 1992].

Gentian karbon iaitu gentian tak organik pertama dihasilkan melalui kaedah bahan mula yang bersifat polimer juga telah berkembang sekitar tahun 1960an dan pada awal 1970an gentian karbon telah berjaya digunakan ke dalam komposit bermatrikskan kaca. Gentian seramik yang mempunyai diameter yang kecil mula muncul pada akhir 1970an dengan berkembangnya gentian μ -alumina yang mempunyai diameter sekitar 20 μm .

Kaedah sol gel lebih banyak digunakan bagi menghasilkan gentian berbanding dengan kaedah-kaedah lain disebabkan oleh kelebihan-kelebihan yang ada pada kaedah tersebut [Stacey, 1988], antaranya:

- i) Suhu pemprosesan yang rendah.
- ii) Pemprosesan yang mudah.
- iii) Hasilan yang homogen.
- iv) Gentian oksida berdiameter seragam.

2.2 Gentian Alumina

Antara berbagai-bagai jenis bahan seramik oksida, alumina (Al_2O_3) juga dikenali secara umum sebagai bahan struktur yang diperlukan, mempunyai kekuatan patah yang baik,

modulus elastik yang tinggi dan sangat baik daripada segi kestabilan termodinamik [Wilson & Visser, 2001]. Satu-satunya fasa oksida alumina yang stabil secara termodinamik ialah $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$, yang mempunyai struktur korundum. Aturan perubahan fasa dalam alumina adalah bergantung kepada bahan mula serta kaedah pemrosesannya. Sebagai contoh, jika bahan mulanya ialah larutan dalam bentuk boehmit ($\text{AlO}(\text{OH})$) atau pun alumina amorfus, maka aturan perubahan fasanya ialah $\gamma \rightarrow \delta \rightarrow \theta \rightarrow \alpha$. Namun, jika bahan mula ialah gibsit, $\alpha\text{-Al}(\text{OH})_3$, maka perubahan fasanya ialah $\chi \rightarrow \gamma \rightarrow \theta \rightarrow \alpha$ walaupun boehmit terbentuk sebelum fasa χ . Diaspor, polimorf bagi boehmit, $\text{AlO}(\text{OH})$ bertukar secara langsung menjadi $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$. Perubahan fasa bagi sebatian terhidrat biasanya akan melibatkan penghasilan mikrostruktur yang sangat berliang [Cahn, et al., 1994].

Gentian berhablur yang mempunyai kandungan $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ yang sangat tinggi yang bebas daripada fasa kekaca adalah sangat stabil secara kimia. Kestabilan secara kimia ini memberikan sifat kestabilan yang baik dalam atmosfera hakis, keaktifan yang rendah terhadap matriks logam seperti aluminium dan kurang saling tindakan dengan berbagai jenis matriks seramik [Wilson & Visser, 2001].

Alumina mempunyai takat lebur yang tinggi iaitu melebihi 2000°C dan juga mempunyai kelikatan yang rendah secara relatif apabila dileburkan. Oleh itu, dalam menghasilkan bentuk gentian, kaedah mejam secara leburan adalah tidak sesuai. Kaedah yang sesuai untuk menghasilkan gentian alumina adalah melalui kaedah yang diklasifikasikan sebagai pembentukan sluri diikuti dengan pembakaran dan larutan atau pemprosesan secara sol-gel yang diikuti dengan rawatan haba [Matthews & Rawling, 1994].

Dalam komposit matriks logam (KML) matriks terdiri daripada logam atau aloi logam, manakala tetulang pula, mungkin daripada bahan seramik, polimer dan/atau juga logam [Callister, 1996]. Bahan logam yang diperkuatkan gentian seramik bukan lagi sesuatu yang mustahil kerana gentian yang berasaskan alumina serta silikon karbida telah digunakan dengan meluas sebagai tetulang kepada matriks logam [Kaczmer & Kainer, 1992].

2.3 Sol-Gel

'Sol-gel' merupakan istilah umum yang digunakan ke atas satu turutan proses yang berbeza daripada proses-proses lain disebabkan sifat semulajadi bahan mula yang digunakan. Biasanya bahan yang digunakan adalah dalam bentuk 'sol' atau pun larutan yang terdiri daripada spesis-spesis organik logam seperti alkoksida [Naslain, 2000].

Perkataan 'sol', ditafsirkan sebagai penyebaran koloid-koloid dalam cecair. Koloid pula diuraikan sebagai partikel-partikel pepejal dengan diameter dalam julat 10 – 1000Å, setiap satunya mengandungi 10^3 – 10^9 atom. Apabila kelikatan sol meningkat kepada satu nilai tertentu dengan kehilangan sebahagian daripada fasa cecair, sol tersebut berubah menjadi tegar. Bahan tegar ini yang dipanggil sebagai 'gel' [Mackenzie, 1984].

Turner (1991) mendefinisikan gel sebagai sebagai pepejal yang mengandungi komponen cecair dan rangkaian struktur dalaman. Maka kedua-dua pepejal dan cecair tersebut berada dalam keadaan sangat terserak. Namun, tidak semua sol boleh berubah menjadi gel kerana untuk sol berubah menjadi gel, interaksi antara partikel/pelarut mestilah kuat. Oleh itu, sekurang-kurangnya sebahagian pelarut tersebut adalah terikat. Oleh itu, secara ringkasnya, proses sol-gel adalah merujuk kepada suatu proses penukaran larutan bahan mula kepada sol atau gel melalui tindakbalas kimia dan setelah melalui proses pengeringan dan penumpatan, berubah menjadi bahan pejal [Jacques, et al, 1997].

2.4 Komposit

2.4.1 Komposit Matriks Logam (KML)

Komposit Matriks Logam (KML) merupakan komposit yang terbina daripada logam sebagai bahan matriks dan diperkuatkan samada dengan partikel, hablur sesungut dan juga gentian. Komposit ini boleh digunakan pada suhu yang lebih tinggi daripada suhu ketahanan matriks logam asas disebabkan kehadiran bahan tetulang yang meningkatkan sifat kekakuan, kekuatan, kerintangan terhadap kakisan, rintangan rayapan, kekonduksian haba dan kestabilan dimensi. Antara kelebihan KML berbanding dengan KMP adalah dapat beroperasi pada suhu yang lebih tinggi, tidak mudah terbakar dan lebih rintang terhadap degradasi oleh cecair organik. KML lebih mahal dan ini menjadikan penggunaannya terhad.

Terdapat pelbagai kaedah penghasilan KML, namun kaedah metalurgi serbuk telah dipilih berdasarkan kepada kelebihan-kelebihan yang diberikan iaitu:

- i) Proses penyediaan campuran serbuk logam-gentian yang mudah.
- ii) Suhu pemprosesan yang rendah.

3. BAHAN DAN METODOLOGI

3.1 Pendahuluan

Penyelidikan ini dibahagikan kepada dua bahagian iaitu:

Bahagian A: Penghasilan gentian $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ melalui ubahsuai penyediaan bahan mula kaedah sol-gel.

Bahagian B: Penggunaan gentian $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ yang dihasilkan dalam Komposit Matriks Logam (KML).

Kaedah yang meluas digunakan bagi penghasilan gentian alumina adalah kaedah sol gel. Kajian ini memilih aluminium alkoksida sebagai bahan mula iaitu menggunakan serbuk aluminium isopropoksida. Penghasilan gentian adalah berdasarkan ubahsuai ke atas kajian penghasilan gentian kulit. Cartalir penghasilan gentian kulit serta pengubahsuaian yang telah dijalankan dalam kajian ini ditunjukkan dalam Rajah 2.1.

Gentian $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ diperlukan sebagai tetulang dalam komposit yang dipilih kerana fasa tersebut merupakan fasa yang paling stabil. Oleh itu, dalam Bahagian B, gentian yang dihasilkan pada keadaan optimum daripada Bahagian A akan diaplikasikan ke atas satu sistem komposit yang dipilih untuk menilai keupayaan gentian yang dihasilkan berbanding beberapa gentian lain yang dipilih, termasuk gentian komersial.

Sistem komposit yang dipilih ialah Komposit Matriks Logam (KML) yang menggunakan serbuk aluminium sebagai bahan matriks melalui kaedah metalurgi serbuk. Sistem serta kaedah ini dipilih memandangkan banyak kajian telah tertumpu kepada sistem ini disebabkan oleh kelebihan-kelebihan yang diberikan terutamanya bagi tujuan yang memerlukan kombinasi antara sifat ringan dan kekuatan dan/atau kekakuan yang tinggi [Birchall, 1983; Quenisset, 1989; Lindroos & Talvitic, 1995; Khairul Rafezi, et al., 2003a & 2003b; Mohd Nazree, et al., 2003].

3.2 Bahagian A : Rekabentuk Eksperimen Untuk Penghasilan Gentian α -Al₂O₃ Melalui Ubahsuai Penyediaan Bahan mula Kaedah Sol- Gel

3.2.1 Ubahsuai Penyediaan Bahan mula Kaedah Sol-Gel

Terdapat 3 parameter utama yang mesti dikaji untuk mengoptimumkan parameter-parameter proses penyediaan bahan mula sol tersebut, sebagaimana yang ditunjukkan dalam cartalir penghasilan gentian α -Al₂O₃ (Rajah 1) iaitu:

- i) Nisbah molar ALP-ALN.
- ii) Tempoh adukan.

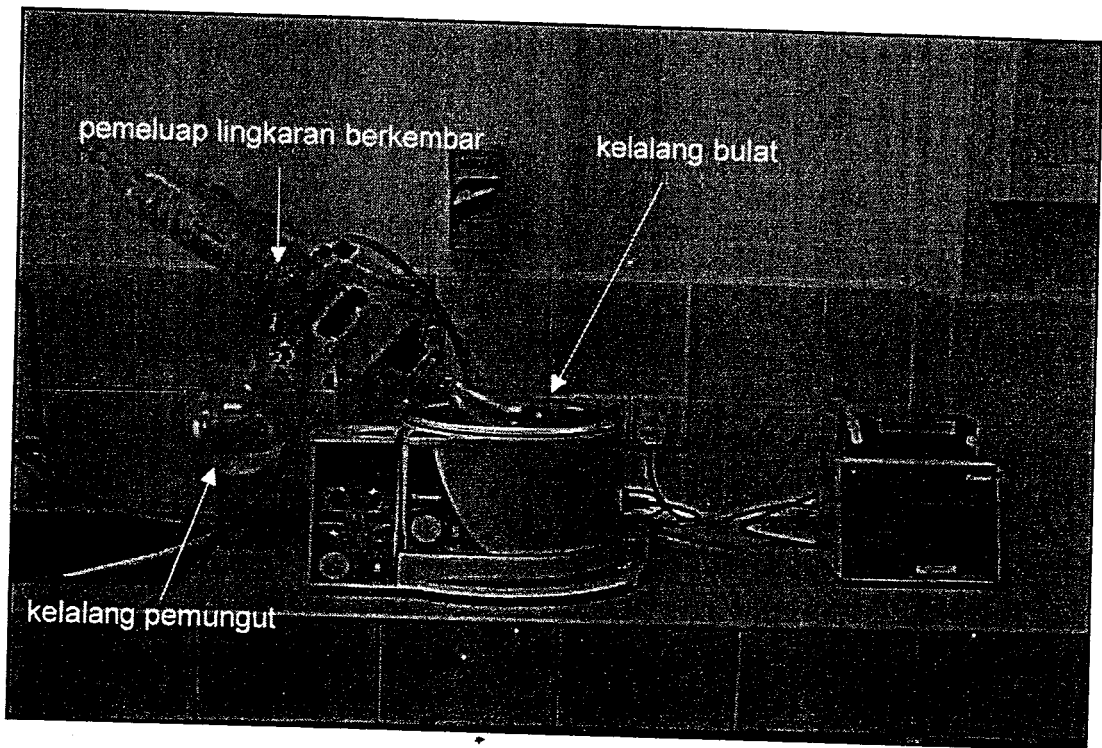
Ujian kelikatan dan sifat kebendaliran untuk sol daripada setiap set parameter eksperimen dilakukan. Kajian yang sistematik ini bertujuan untuk memperolehi set parameter yang paling optimum untuk menghasilkan gentian α -Al₂O₃. Pencirian yang dijalankan ke atas gentian yang dihasilkan ialah, Analisis Haba (TG/DTA), Pembelauan Sinar-X (XRD) dan Mikroskopi Imbasan Elektron (SEM).

Dua bahan mentah utama yang digunakan ialah:

- i) Aluminium isopropoksida (801079, Merck).
- ii) Aluminium nitrat nonahidrat (101063, Merck).

3.2.2 Pemekatan Sol

Pemekatan sol dijalankan melalui penyejatan menggunakan Penyejat Berputar *Heidolph Laborota 4003* (Rajah 3.1) pada sol yang disediakan berdasarkan nisbah molar ALP-ALN dan tempoh adukan tertentu yang dipilih disebabkan keadaan sol yang agak cair. Maka untuk proses pemekatan, sol tersebut dimasukkan ke dalam kelalang penyejat yang dipanaskan dalam air rendaman pada suhu 60 °C (kurang dari suhu didih ALN iaitu 73 °C). Bantuan pam vakum dapat mempercepatkan penyejatan air daripada sol. Tahap kelikatan sol yang sesuai diukur secara kasar berdasarkan keupayaannya membentuk gentian apabila sebatang rod kaca dicelup ke dalam sol tersebut dan ditarik keluar dengan segera. Sekiranya kelihatan gentian terbentuk diujung rod kaca berkenaan, maka boleh difahami bahawa sol telah mencapai tahap kelikatan yang sesuai untuk membentuk gentian dengan dilakukan proses mejam. Pada tahap ini kelikatan sol boleh diukur menggunakan viskometer model *Haake VT550* beserta perisian *Rheowin™*.



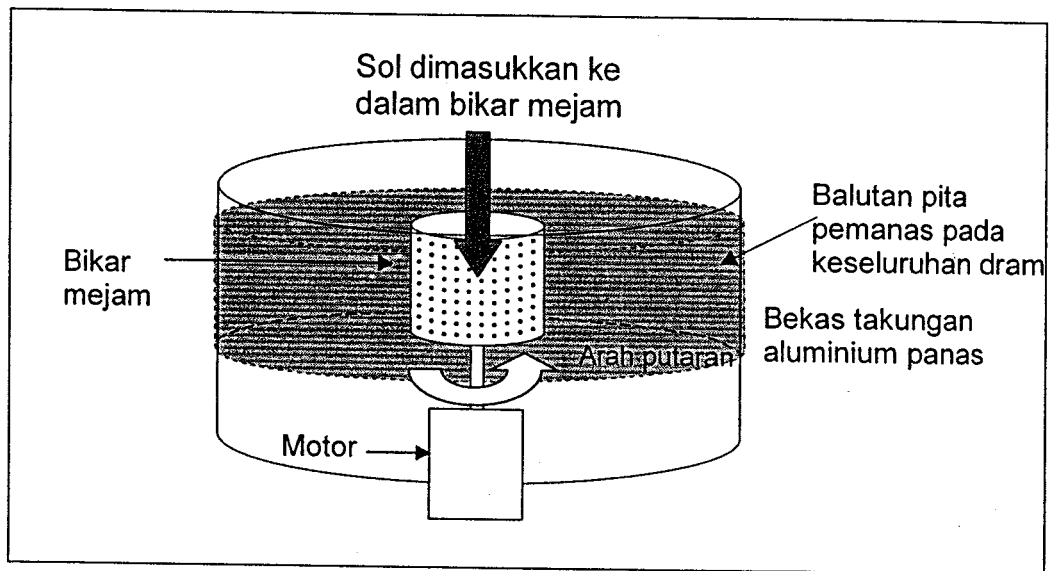
Rajah 3.1: Penyejat Berputar *Heidolph Laborota 4003*.

3.2.3 Proses Mejam

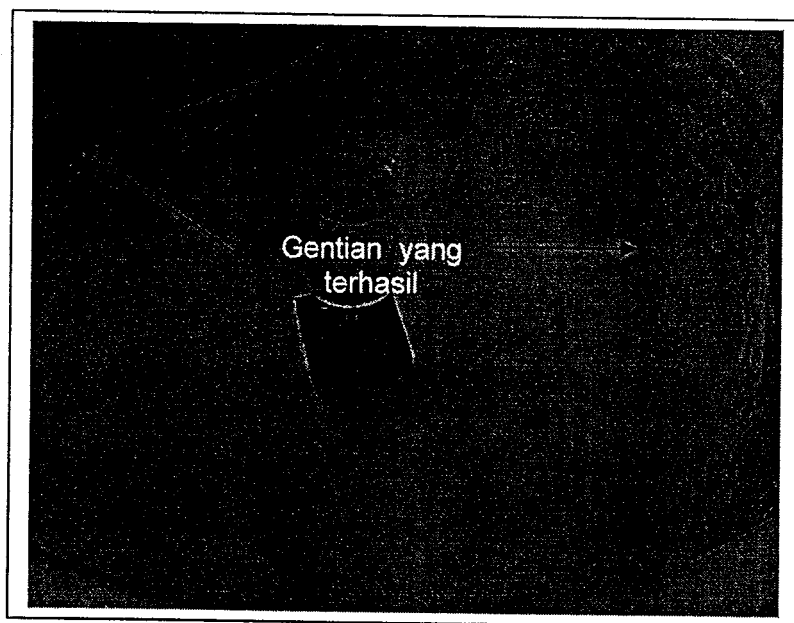
Proses mejam dilakukan ke atas sol yang telah mencapai kelikatan yang sesuai melalui kaedah emparan menggunakan alat mejam yang dibina sendiri. Alat ini terdiri daripada bikar mejam yang mempunyai lubang-lubang berdiameter 0.4 mm ditebuk secara seragam di keseluruhan bikar plastik yang disambungkan kepada motor *Heidolph model RGL 500*. Bikar mejam dipasang pada pusat bekas takungan aluminium yang berdiameter 60 cm. Bekas takungan tersebut dibalut dengan pita pemanas agar suhu 60 °C dapat ditetapkan bagi mengelakkan gentian yang dimejam daripada melekat di antara satu sama lain.

Kelajuan putaran bikar mejam yang digunakan ialah antara 2000 – 2500 putaran per minit (rpm). Pada kelajuan ini, sol yang likat akan disemperit melalui lubang pada bikar mejam lalu membentuk gentian serta berkumpul di dinding bekas takungan. Gentian dapat mengering dengan cepat kerana dinding bekas takungan dipanaskan oleh balutan pita pemanas (60 °C). Rajah 3.2 menunjukkan skema keseluruhan alat mejam gentian yang

digunakan. Contoh gentian yang terbentuk dalam bekas takungan ditunjukkan dalam Rajah 3.3. Gentian yang terkumpul dipungut dan dikeringkan dalam ketuhar pada suhu 60 °C selama 12 jam.



Rajah 3.2: Proses mejam gentian.



Rajah 3.3: Gentian yang terbentuk dalam bekas takungan.

3.2.4 Pengkalsinan dan Pensinteran Gentian

Gentian anum yang dihasilkan kemudiannya dikalsin dan disinter dalam relau suhu tinggi *Carbolite model CWF 11/5* dalam atmosfera biasa pada suhu yang berbeza iaitu 500, 700, 900, 1000, 1100 dan 1200°C dengan tempoh rendaman selama 1 jam pada kadar 5°C/min.

3.2.5 Pencirian

Sol yang disediakan dicirikan berdasarkan sifat reologinya. Gentian yang diperolehi dicirikan menggunakan alatan TG/DTA, XRD dan SEM.

3.2.5.1 Kajian Sifat Reologi Sol

Kajian ini dijalankan menggunakan peralatan reometer *Haake VT550* beserta perisian *Rheowin™* bagi menentukan kelikatan serta ciri aliran sol. Reometer ini mempunyai keupayaan untuk mengukur kelikatan pada julat $1-10^9$ cP. Julat kadar ricih yang digunakan adalah antara 10 - 600 (1/s) pada sela masa 60 saat.

Sol yang telah diaduk, kelikatannya diuji menggunakan reometer yang berbentuk cawan dan kon merujuk kepada piawai DIN 53018 (dari pengeluar) yang setara dengan piawai ASTM D 4212 [ASTM D 4212, 1998]. Sol yang berkelikatan tinggi (> 1000 cP) pula diuji menggunakan reometer jenis plat dan kon merujuk piawai ISO 3219 (dari pengeluar) yang setara dengan piawai ASTM D 1824 [ASTM D 1824, 1999].

3.2.5.2 Analisis Haba¹

Dalam kajian ini, dua analisis haba iaitu termogravimetri (TG) dan analisis kebezaan haba (DTA) dijalankan ke atas gentian anum yang dihasilkan daripada komposisi sol yang terbaik iaitu dengan nisbah molar ALP-0.5M ALN=3. Analisis TG dan DTA dijalankan menggunakan peralatan sistem TG/DTA jenis *Linseis*. Gentian anum yang dianalisis dikenakan suhu 1200°C pada kadar pemanasan 5°C/min dalam udara.

3.2.5.3 Analisis Pembelaan Sinar-X (XRD)

Analisis XRD dilakukan ke atas gentian anum dan yang telah dikalsinkan pada pelbagai suhu pengkalsinan menggunakan mesin pembelaan sinar-X model *Philips PW 1820* bagi mengesan fasa yang hadir serta perubahan fasa yang berlaku.

Hukum Bragg digunakan pada pembelauan sinar-X bagi sampel yang bersifat hablur dengan formula ringkas yang menghubungkan jarak gelombang (λ) dan jarak antara satah bagi satah-satah hablur (d_{hkl}) tersebut iaitu dengan hubungan seperti berikut :

$$n\lambda = 2d_{hkl} \sin \theta \quad \dots\dots\dots (2.1)$$

- di sini,
- n = aturan pembelauan (1, 2, 3,...).
 - λ = jarak gelombang sinar-x yang digunakan.
 - d_{hkl} = jarak di antara satah-satah atom.
 - θ = sudut Bragg.

Pengenalpastian fasa-fasa hablur dilakukan dengan cara membandingkan corak belauan sampel dengan corak belauan piawai yang diperolehi daripada pengkalan data antarabangsa ICDD (International Center for Diffraction Data). Ini dilakukan dengan bantuan perisian komputer yang terdapat bersama sistem XRD.

3.2.5.4 Mikroskopi Imbasan Elektron (SEM)

Analisis SEM digunakan untuk mengkaji morfologi gentian yang dihasilkan menggunakan peralatan unit SEM jenis *Cambridge* model *Stereoscan 200* dan *Leica Cambridge S-360* . SEM merupakan suatu kaedah pengimejan resolusi tinggi menggunakan alur elektron bagi menguji sampel, berbeza dengan mikroskop optik yang menggunakan alur cahaya boleh nampak. Elektron mempunyai jarak gelombang yang lebih sempit berbanding alur cahaya dengan resolusi kuasanya meningkat dari 0.2 mm kepada 1 nm, memberikan beberapa kelebihan SEM berbanding dengan mikroskop optik iaitu mempunyai pembesaran yang jauh lebih tinggi melebihi 100,000X dan kedalaman yang lebih besar iaitu sehingga 100 kali mikroskop optik.

3.3 Bahagian B: Rekabentuk Eksperimen Untuk Penggunaan Gentian α - Al_2O_3 Yang Dihasilkan Dalam Komposit Matriks Logam (KML)

3.3.1 Pendahuluan

Gentian Al_2O_3 yang dihasilkan dari Bahagian A perlu dipastikan keupayaannya untuk dijadikan gentian tetulang dalam KML. Oleh itu, lima jenis gentian alumina digunakan dalam kajian bagi tujuan perbandingan, iaitu:

- i) Alk mewakili gentian yang dikalsin pada 1200 °C dengan kadar pemanasan 5 °C/min (dari Bahagian A).

- ii) Almono mewakili gentian yang dihasilkan daripada aturan monoasetat [Lim, et. al., 2000]
- iii) Almax mewakili gentian yang telah dihasilkan secara komersial (Mitsui Mining Co. Ltd, Japan)
- iv) Saffil mewakili gentian yang telah dihasilkan secara komersial (Saffil, USA)

Gentian Alk adalah gentian paling optimum dihasilkan dalam penyelidikan ini merujuk kepada sifat kebolehpegangan yang baik serta mempunyai permukaan yang licin. Sifat gentian yang digunakan di dalam KML ditunjukkan dalam Jadual 3.1. Komposisi, kaedah penghasilan, parameter pemadatan dan prosedur pensinteran dalam penghasilan KML dirujuk kepada kajian terdahulu [Mohd Nazree et al.,2003; Samuel, 2003; Kaczmar & Kainer, 1992].

Jadual 3.1 : Sifat gentian yang digunakan di dalam KML

Sifat	Alk	Almono	Almax	Saffil
Diameter (μm)	10 – 20	5 - 8	10	3.5
Saiz butir (μm)	2 -3	~ 100 x 10 ⁻³	-	-
Jenis Hablur	α -Al ₂ O ₃	α -Al ₂ O ₃ Al ₁₈ B ₄ O ₃₃	α -Al ₂ O ₃	α -Al ₂ O ₃ SiO ₂
Komposisi (% berat)	99 Al ₂ O ₃	99 Al ₂ O ₃	99.5 Al ₂ O ₃	96 Al ₂ O ₃ 4 SiO ₂

3.3.2 Penggunaan Gentian α -Al₂O₃ Yang Dihasilkan Dalam Komposit Matriks Logam (KML)

Dua bahan utama yang terlibat dalam penghasilan KML ialah:

- i) Matriks – serbuk aluminium.
- ii) Gentian – gentian alumina dari sumber yang berbeza.

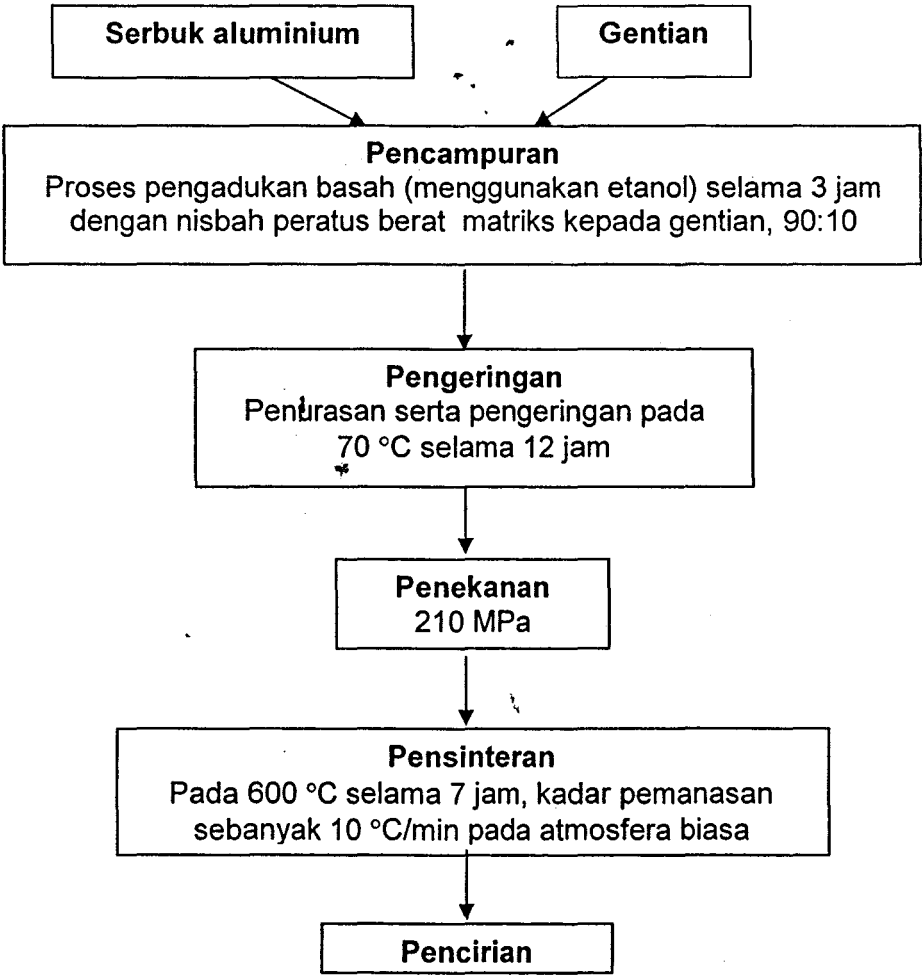
Serbuk aluminium yang digunakan sebagai bahan matriks mempunyai ketulenan tinggi dan diperolehi dari *BDH Laboratory Supplies, England* dengan purata saiz partikel 25μm dalam bentuk kepingan. Sifat serbuk aluminium yang digunakan ditunjukkan dalam Jadual 3.2.

Jadual 3.2: Sifat serbuk aluminium yang digunakan dalam kajian.

Sifat Kimia	Nilai
Ketumpatan (g/cm ³)	2.7
Takat Lebur (°C)	660
Berat mol (g)	26.98

Gentian yang digunakan sebagai tetulang dalam sistem KML ini pula, terdiri daripada gentian yang dihasilkan dalam kajian serta gentian-gentian komersil.

Penghasilan komposit melalui kaedah metalurgi serbuk melibatkan tiga peringkat pemprosesan iaitu pencampuran basah, penekanan dan pensinteran sebagaimana yang dijalankan dalam kajian terdahulu [Mohd Nazree, et al., 2003; Samuel, 2003; Kaczmar & Kainer, 1992]. Tatacara terperinci eksperimen ditunjukkan dalam cartalir pada Rajah 3.4.



Rajah 3.4: Cartalir tatacara eksperimen bagi menghasilkan komposit.

3.3.2.1 Pencampuran

Pencampuran serbuk aluminium dan gentian pada nisbah 90:10 [Samuel, 2003] dilakukan melalui kaedah pencampuran basah bagi mengelakkan gentian melekat antara satu sama. Ini bertujuan untuk memastikan gentian terserak secara homogen dalam jasad komposit [Kaczmar & Kainer 1992]. Pencampuran dimulakan dengan mengaduk gentian dalam etanol menggunakan pengaduk bermagnet selama 10-15 minit, kemudian serbuk aluminium dimasukkan dan pengadukan diteruskan selama 3 jam. Pencampuran ini dilakukan pada suhu bilik dan dalam bikar tertutup bagi mengelakkan penguapan etanol menjadi lebih cepat. Kemudian campuran dituras menggunakan kertas turas bagi mengasingkan etanol daripada campuran. Setelah itu, hasilan pada kertas turas dikeringkan dalam ketuhar pada suhu 70 °C selama 12 jam.

3.3.2.2 Penekanan

Penekanan dilakukan bagi menghasilkan sampel yang berketumpatan tinggi pada bentuk yang dikehendaki bergantung kepada analisis yang akan dijalankan. Dalam kajian ini sampel berdimensi 40 mm x 15 mm x 3.7 mm dihasilkan menggunakan acuan berdimensi luar, 62 mm x 42 mm x 34 mm yang diperbuat daripada keluli alatan. Proses penekanan menggunakan mesin UTM (*Universal Testing Machine*) model *Shimadzu, UMH-50*. Tekanan yang digunakan ialah 210 MPa selama 2 minit bagi memastikan sampel ditekan secara seragam [Mohd Nazree et al., 2003].

3.3.2.3 Pensinteran

Pensinteran merupakan pertautan atau penggabungan partikel serbuk melalui resapan daripada proses pembakaran pada suhu tertentu [Callister, 1996]. Proses ini dilakukan pada suhu di bawah takat lebur sesuatu bahan [German, 1997]. Dalam kajian ini, proses pensinteran dilakukan pada 600 °C dengan kadar pemanasan 10°C/min selama 7 jam dalam persekitaran udara biasa menggunakan relau *Carbolite* model CWF 11/5 yang beroperasi secara automatik. Suhu 600 °C digunakan kerana takat lebur bagi aluminium adalah 660 °C. Kadar pemanasan serta tempoh rendaman yang digunakan merupakan kadar serta tempoh yang optimum pada komposit yang dihasilkan [Mohd Nazree et al., 2003].

3.3.3 Pencirian

Teknik-teknik pencirian yang dijalankan ke atas KML yang dihasilkan bagi tujuan perbandingan iaitu:

1. Analisis Pengembangan Linear.
2. Analisi Ketumpatan Pukul Dan Keliangan Ketara.
3. Analisis Pembelauan Sinar-X (XRD).
4. Ujian Lentur Tiga Titik.
5. Ujian Kekerasan (Vicker).

3.3.3.1 Analisis Pengembangan Linear

Ujian ini dilakukan untuk memerhatikan samada berlaku pengecutan atau pengembangan sampel akibat daripada pensinteran yang telah dijalankan. Dalam ujian ini, panjang (l), lebar (w) dan tebal (t) sampel sebelum dan selepas pensinteran diukur bagi mendapatkan perubahan dimensi yang berlaku bagi mengesan perbezaan dimensi pada semua arah. Peratus pengembangan boleh diperolehi daripada persamaan-persamaan 3.2 hingga 3.4 iaitu perbezaan ukuran panjang, lebar dan tebal sampel sebelum dan selepas disinter.

$$\% \text{ pengembangan bagi panjang} = \frac{l_2 - l_1}{l_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3.2)$$

l_2 = panjang selepas pensinteran.

l_1 = panjang sebelum pensinteran.

$$\% \text{ pengembangan bagi lebar} = \frac{w_2 - w_1}{w_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3.3)$$

w_2 = lebar selepas pensinteran.

w_1 = lebar sebelum pensinteran.

$$\% \text{ pengembangan bagi tebal} = \frac{t_2 - t_1}{t_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3.4)$$

t_2 = tebal selepas pensinteran.

t_1 = tebal sebelum pensinteran.

Namun, pengesanan ke atas pengembangan atau pengecutan sampel dilakukan dengan mengira peratus perubahan isipadu menggunakan persamaaan seperti persamaan 3.5. Nilai peratus perubahan positif akan memberikan sifat pengembangan, manakala nilai negatif menunjukkan sifat pengecutan.

$$\% \text{ perubahan isipadu} = \frac{v_2 - v_1}{v_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3.5)$$

v_1 = isipadu sampel sebelum pensinteran.

v_2 = isipadu sampel selepas pensinteran.

3.3.3.2 Analisis Ketumpatan Pukal dan Keliangan Ketara

Analisis ketumpatan pukal serta keliangan ketara dilakukan ke atas sampel menggunakan prinsip Archimedes. Pada mulanya sampel yang diikat menggunakan tali nilon ditimbang di udara (w_1). Penggunaan tali nilon berbanding benang adalah bagi menimumkan ralat jisim air, kerana benang menyerap air. Kemudiannya sampel dimasukkan ke dalam bekas yang berisi air suling dan divakum selama 30 minit. Setelah itu sampel ditimbang secara tergantung dalam air (w_2). Sampel yang telah ditimbang dilapkan permukaannya dan ditimbang di udara sekali lagi, bacaannya diambil sebagai w_3 . Nilai ketumpatan pukal dan keliangan ketara dikira menggunakan persamaan 3.6 dan 3.7

$$\text{Ketumpatan pukal} = \frac{w_1}{\frac{w_3 - w_2}{\rho_{\text{air}}}} \quad \dots\dots\dots (3.6)$$

$$\text{Keliangan ketara} = \frac{w_3 - w_1}{w_3 - w_2} \times 100 (\%) \quad \dots\dots\dots (3.7)$$

3.3.3.3 Analisis Pembelauan Sinar-X (XRD)

Analisis pembelauan sinar-X (XRD) dijalankan untuk mengenalpasti fasa-fasa yang wujud dalam komposit yang dihasilkan. Peralatan serta kaedah analisis adalah sama seperti yang telah dijalankan ke atas gentian dan diterangkan sebelum ini.

3.3.3.4 **Ujian Lentur Tiga Titik**

Dalam ujikaji ini, ujian lenturan 3 titik dilakukan dengan menggunakan mesin *Instron model 8501* untuk mengenakan daya tindakan sehingga sampel gagal. Piawaian yang digunakan ialah ASTM C 1161 [ASTM C 1161, 1994] pada kadar beban 0.2 KN/min. Saiz sampel yang diperlukan ialah 15 mm x 40 mm x 2 mm. Ujian ini dijalankan bagi mengukur kekuatan KML yang dihasilkan. Kekuatan ditakrifkan sebagai keupayaan sesuatu bahan untuk merintanginya daya kenaan tanpa alah atau patah. Nilai tegasan patah boleh ditentukan daripada persamaan 3.8. Mikrostruktur permukaan patah sampel kemudian diperhatikan dengan SEM.

$$\sigma_{fs} = \frac{3FL}{2BD^2} \dots\dots\dots (3.8)$$

di sini,

- σ_{fs} = tegasan patah (MPa).
- F = daya yang diperlukan untuk sampel gagal (N).
- L = jarak di antara 2 titik beban di bawah sampel (m).
- B = lebar sampel (m).
- D = tebal sampel (m).

3.3.3.5 **Ujian Kekerasan (Vicker)**

Ujian kekerasan Vicker merupakan salah satu ujian kekerasan mikro yang boleh menentukan sifat permukaan sampel. Ujian kekerasan mikro Vicker dijalankan menggunakan peralatan model *Future Tech E – 70* dengan beban sebanyak 1.0 kgf. Sampel terlebih dahulu dicanai dengan kertas SiC secara berperingkat bermula dari saiz 240, 320, 400, 600 sehingga 1200 untuk membuang permukaan atas sampel yang kasar. Kemudian sampel digilap dengan pelepas intan bersaiz 6 µm dengan tempoh 3 minit untuk menanggalkan sebarang calaran halus. Sampel dimasukkan ke dalam pembersih ultrasonik untuk menyingkirkan segala bahan kotoran dan lebihan yang melekat pada sampel.

4. KEPUTUSAN DAN PERBINCANGAN

4.1 Pendahuluan

Bab keputusan dan perbincangan ini dibahagikan kepada dua bahagian besar iaitu Bahagian A (penghasilan gentian $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ dan pencirian) dan Bahagian B (penghasilan komposit matriks logam, KML dan pencirian).

4.2 Bahagian A: Penghasilan Gentian $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ Melalui Ubahsuai Penyediaan Bahan mula Kaedah Sol-Gel

4.2.1 Kajian Awal Mengenai Peranan Nisbah Molar ALP-ALN Dan Tempoh Adukan Campuran.

Kajian awal ke atas kesan 2 parameter yang mempengaruhi sifat sol iaitu nisbah molar ALP-ALN serta tempoh adukan dilakukan pada peringkat ini. Hanya tiga nisbah molar ALP-ALN sebanyak 1, 3, dan 5 dengan menetapkan kemolaran ALN sebanyak 0.5M serta tempoh pengadukan selama 24 jam. [Ki, 1998] telah digunakan dalam kajian ini. Keputusan kajian ditunjukkan dalam Jadual 4.1.

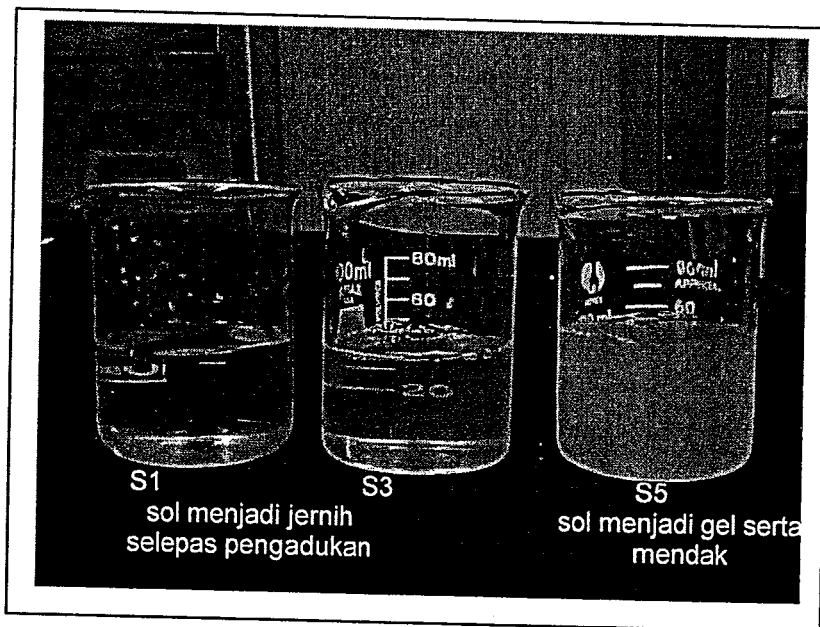
Jadual 4.1: Kesan nisbah molar ALP-0.5M ALN yang berbeza.

Kod	Nisbah Molar ALP-0.5M ALN	Tahap awal bagi sol		Sifat bolehmejam dikesan menggunakan celupan rod kaca *
		Pemerhatian	Kelikatan (cP)	
S1	1	Sol yang jernih tetapi sangat cair	6.25	tidak
S3	3	Sol yang jernih	9.78	ya
S5	5	Menjadi gel dan berlaku pemendakan	Tidak dapat dikesan (terlalu pekat)	tidak

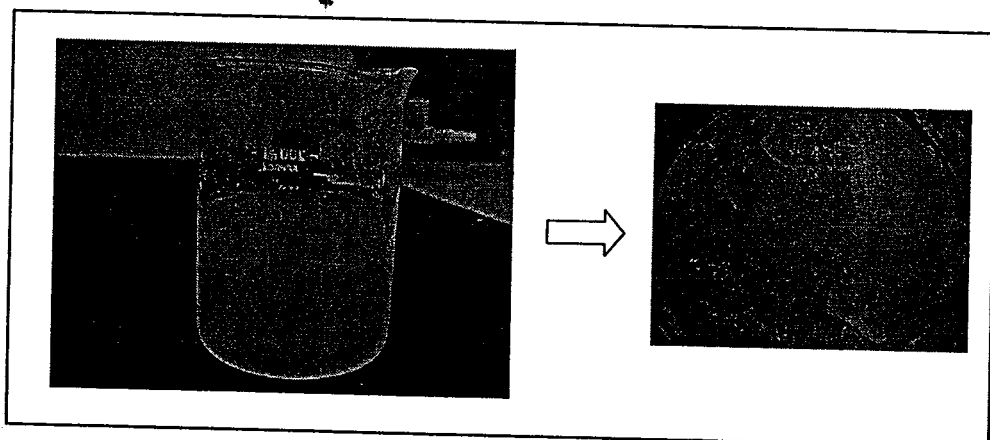
* Kaedah celupan rod kaca adalah sebagai petanda awal kebolehmejamaan sol yang dihasilkan [Saka & Kozuka, 1988, Venkatesh & Ramanan, 2002].

Secara visual, keputusan menunjukkan daripada tiga nisbah molar yang dikaji, sol dengan nisbah 1 dan 3 sahaja yang menunjukkan keterlarutan yang lengkap dengan menghasilkan larutan yang jernih, manakala sol dengan nisbah molar 5 tidak melarut dengan lengkap malah sol tersebut menjadi gel tegar semasa proses pengadukan dijalankan. Dari segi kelikatan pula, S3 mempunyai kelikatan paling tinggi berbanding

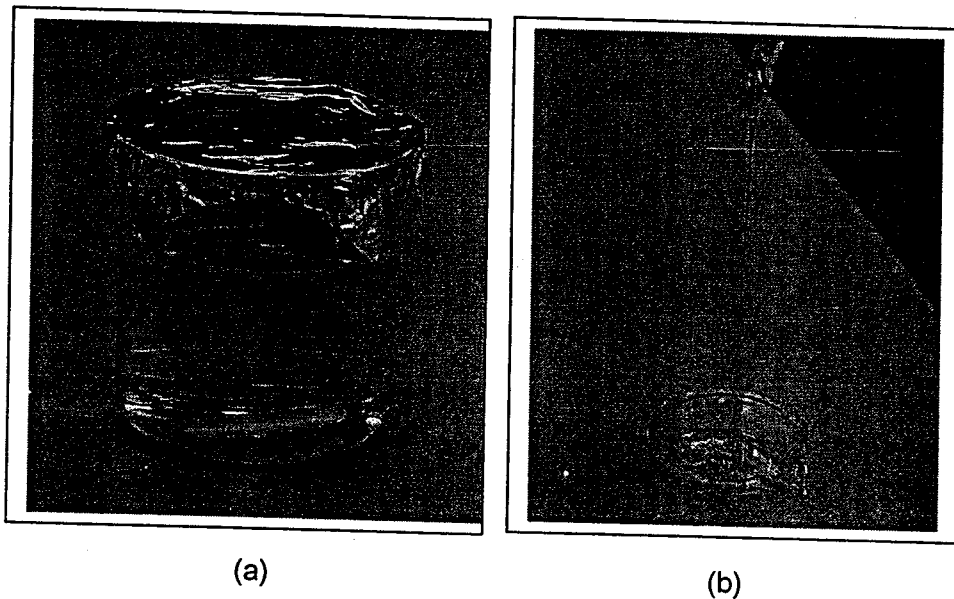
dengan S1. Setelah 1 jam proses penyejatan dijalankan, S3 memberikan sifat bolehmejam tetapi S1 tidak menunjukkan sifat bolehmejam sehinggalah hampir kesemua larutan sol tersebut meruap. Ini mungkin disebabkan oleh komposisi sol di mana kandungan air yang terlalu banyak menyebabkan air terbebas melalui penyejatan namun pempolimeran tidak berlaku. Keadaan-keadaan sol yang menggunakan nisbah ALP-0.5M ALN yang berbeza ditunjukkan dalam Rajah 4.1. Keadaan sol menggunakan nisbah molar ALP-0.5M ALN yang menjadi gel (S5) ditunjukkan dalam Rajah 4.2. Contoh sol yang mempunyai sifat boleh mejam (S3) pula ditunjukkan oleh Rajah 4.3 yang mana didapati sol tersebut boleh ditarik dengan mudah.



Rajah 4.1 : Sol dengan lima nisbah molar ALP-0.5M ALN yang berbeza.



Rajah 4.2 : Sol yang menjadi gel tegar, S5.



Rajah 4.3 : (a) S3 yang jernih dan (b) rod kaca menarik sol likat untuk menguji sifat boleh mejam sol S3.

4.2.1.1 Pemekatan sol

Pemekatan adalah untuk meningkatkan kelikatan sol sehingga mencapai kelikatan yang sesuai untuk proses mejam iaitu antara 10 – 100P [Sowman, 1988a; Ki, 1998; Ramanan & Sutapa, 2000]. Sol yang diperlukan juga mestilah mempunyai sifat bolehmejam yang boleh diuji secara awalnya dengan cara merendamkan rod kaca dan menariknya keluar dengan cepat sebagaimana yang telah dilakukan dalam kajian terdahulu [Saka & Kozuka, 1988, Venkatesh & Ramanan, 2002]. Pemekatan sol dapat diukur atau dinilai berdasarkan kesan tempoh penyejatan ke atas keadaan sol, isipadunya dan sifat reologi sol tersebut.

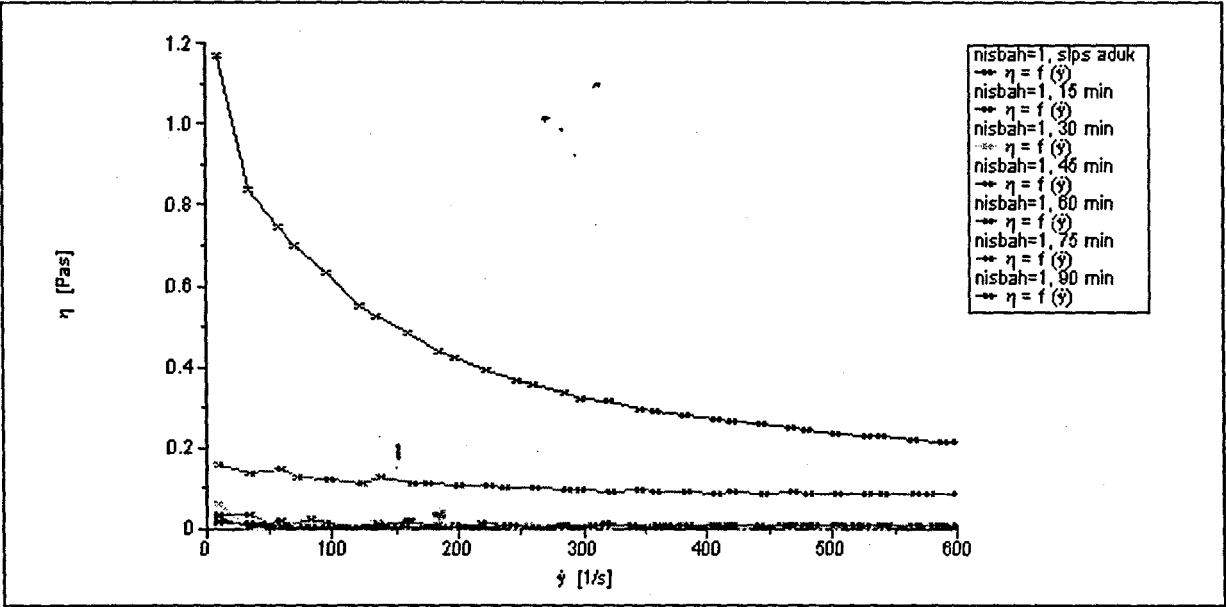
4.2.2.1(i) Kajian Ke Atas Sifat Reologi Sol

Kajian sifat reologi dilakukan bagi mengenalpasti ciri sol yang dihasilkan samada Newtonan atau bukan Newtonan. Ini ditunjukkan dalam graf kelikatan melawan kadar ricih di mana garis lurus menunjukkan tiada perubahan kelikatan dengan kadar ricih yang menandakan sol tersebut bersifat Newtonan. Dalam sesetengah keadaan, ada graf/sol yang menunjukkan garis lurus diawal penyediaan, tetapi berubah apabila masa penyejatan meningkat. Ciri utama bagi sol yang mempunyai sifat boleh mejam ialah mempunyai ciri Newtonan ketika kelikatan rendah dan kekal dengan ciri tersebut pada kelikatan tinggi.

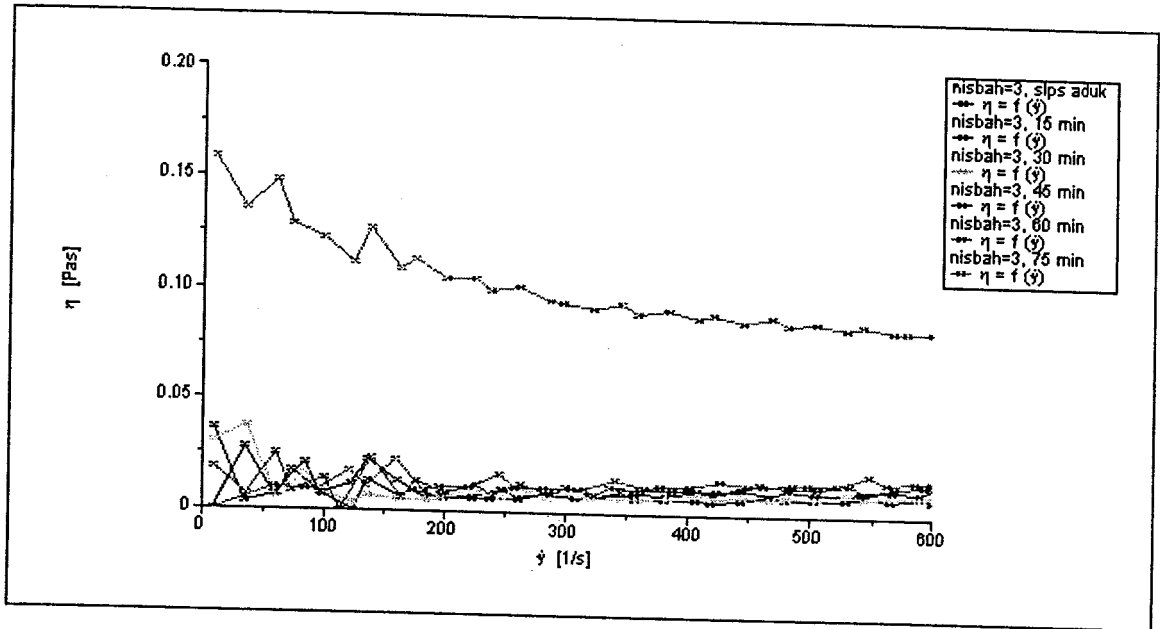
Secara keseluruhan, kesemua sol bersifat Newtonan diawal penyediaan dan berlaku perubahan sifat sol apabila penyejatan dijalankan. Namun perubahan tersebut hanya boleh diwakili oleh beberapa keadaan sahaja iaitu:

- i) kekal bersifat Newtonan tetapi masih sangat cair sehingga hampir keseluruhan sol menyejat.
- ii) kelikatan meningkat tetapi masih tidak mencapai kelikatan boleh mejam sehingga hampir keseluruhan sol menyejat.
- iii) kekal Newtonan dengan peningkatan kelikatan namun sehingga satu tahap, sifat sol berubah menjadi bukan Newtonan.
- iv) sifat Newtonan kekal sehingga sol mencapai kelikatan boleh mejam.

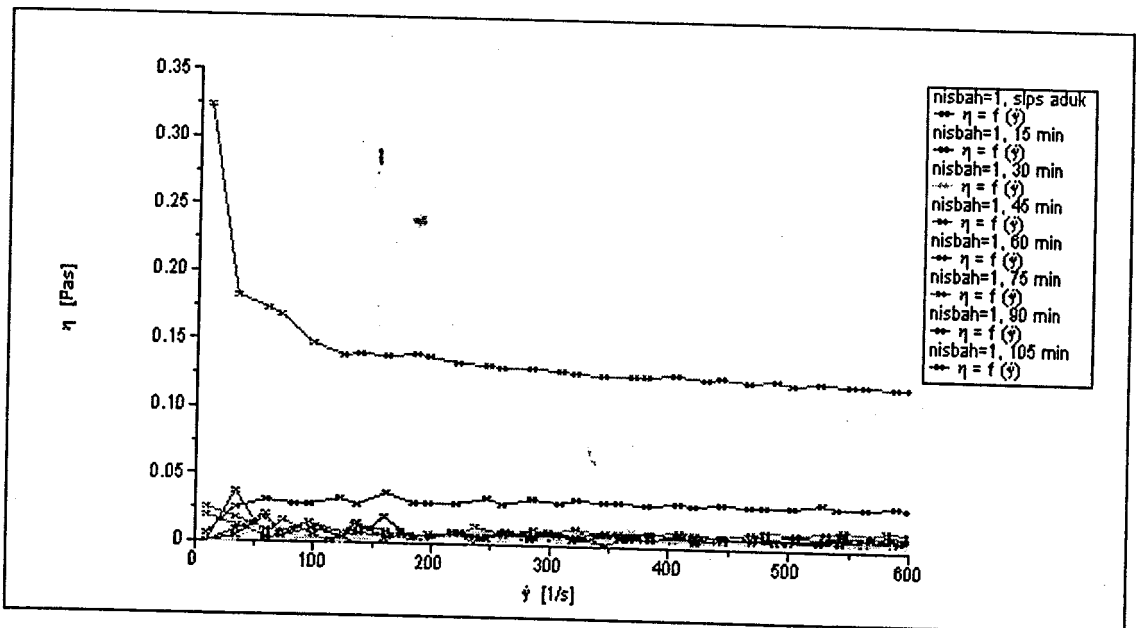
Rajah 4.4 – 4.7 menunjukkan sifat aliran sol apabila nisbah mol dan tempoh yang berbeza dikenakanl.



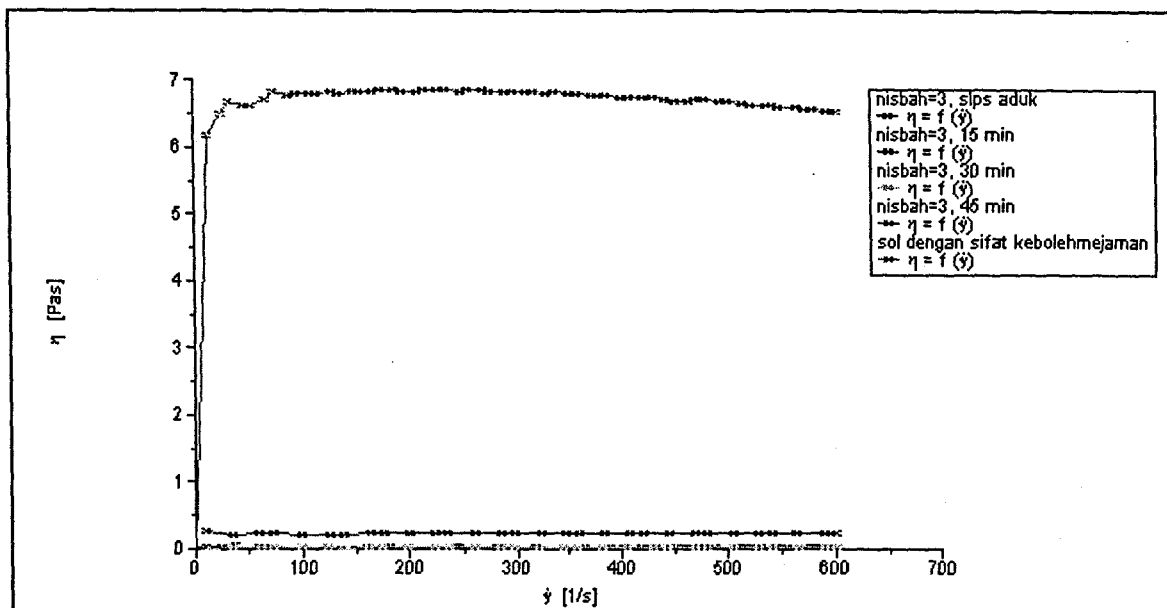
Rajah 4.4: Graf kelikatan melawan kadar ricih 0.5M ALN, tempoh adukan 18 jam dan nisbah molar ALP-ALN=1.0. Menunjukkan peningkatan kelikatan sol yang bersifat Newtonan namun berubah menjadi bukan Newtonan setelah 90 minit.



Rajah 4.5: Graf kelikatan melawan kadar ricih 0.5M ALN, tempoh adukan 18 jam dan nisbah molar ALP-ALN=3.0. Menunjukkan peningkatan kelikatan sol yang bersifat Newtonan namun berubah menjadi bukan Newtonan setelah 75 minit..



Rajah 4.6: Graf kelikatan melawan kadar ricih 0.5M ALN, tempoh adukan 24 jam dan nisbah molar ALP-ALN=1.0. Menunjukkan peningkatan kelikatan sol yang bersifat Newtonan d namun berubah menjadi bukan Newtonan setelah 105 minit..



Rajah 4.7: Contoh graf kelikatan melawan kadar ricih 0.5M ALN, tempoh adukan 24 jam dan nisbah molar ALP-ALN=3.0. Menunjukkan peningkatan kelikatan sol yang bersifat Newtonan dan kekal sehingga mencapai kelikatan boleh mejam.

Rajah 4.4, 4.5 dan 4.6 menunjukkan sol bersifat Newtonan diawal penyediaan dan kekal dengan sifat tersebut ketika kelikatan meningkat namun pada satu tahap berubah sifat menjadi bukan Newtonan. Berbeza pada sol dalam Rajah 4.7, sol bersifat Newtonan di awal penyediaan dan kekal sehingga kelikatan menghampiri kelikatan yang sesuai untuk proses mejam iaitu sekitar 7 Pa.s (70P). Berbanding dengan kesemua graf yang ditunjukkan, keadaan sol sebagaimana Rajah 4.7 sahaja yang diperlukan dalam penghasilan gentian melalui proses mejam.

Keputusan kajian reologi menunjukkan bahawa pembuktian sifat boleh mejam melalui sifat kebendaliran tidak boleh dijalankan ke atas semua sol yang telah disediakan. Ini kerana sol dengan nisbah molar ALP-ALN=5.0 tidak boleh dijalankan kerana sol berubah menjadi gel tegar dalam tempoh pengadukan.

Pada awal penyediaan, iaitu sebaik sahaja selesai pengadukan, kesemua sol bagi kesemua siri eksperimen bersifat Newtonan iaitu kelikatan berkadar terus dengan kadar ricih dan berkelikatan sangat rendah. Sehingga ke satu tahap apabila melalui satu tempoh pemekatan (proses penyejatan), bagi sesetengah siri eksperimen, aliran mula menunjukkan sifat bukan Newtonan iaitu kelikatan berkurang dengan peningkatan kadar ricih (Rajah 4.4, 4.5 dan 4.6). Keadaan Newtonan yang hanya pada kelikatan rendah

tetapi tidak kekal pada kelikatan tinggi tidaklah dikehendaki. Ia merupakan keadaan yang tidak membantu proses mejam gentian [Mutsuddy & Ford, 1995].

Namun, berbeza bagi sol dengan nisbah molar ALP-ALN = 3 (Rajah 4.7) didapati sol bersifat Newtonan di awal penyediaan dan kekal dengan sifat tersebut pada kelikatan yang tinggi. Ini merupakan ciri sol yang diperlukan untuk melalui proses mejam. Kelikatan yang sesuai bagi proses mejam adalah sekitar 100P [Sakka & Kozuka, 1988], namun kelikatan diukur bagi nisbah molar ALP-ALN = 3 ialah sekitar 7 Pa.s (70P) iaitu sebelum sol benar-benar boleh menjalani proses mejam. Ini kerana, kelikatan lebih rendah adalah diperlukan sebelum sol mencapai kelikatan sebenar bagi mengelakkan pemejalan sol dengan cepat.

Hasil dari kajian ini menunjukkan bahawa proses menghasilkan gentian alumina menggunakan sistem isopropoksida adalah sangat sensitif terhadap nisbah ALP-ALN yang digunakan. Kajian jelas menunjukkan nisbah yang lain tidak berjaya menghasilkan gentian kecuali ALP-0.5M ALN=3.0.

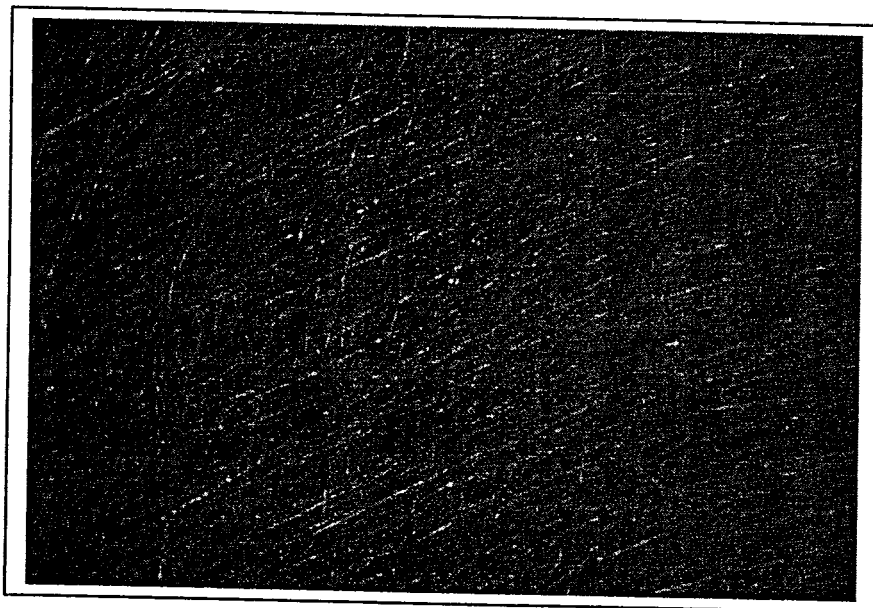
Dalam penghasilan gentian secara mejam ini, sifat reologi iaitu kelikatan mesti diperhatikan dengan teliti. Ini ialah kerana sifat reologi bagi sol yang sedang memekat akan berubah dengan cepat, terutamanya bagi sol yang melibatkan penggunaan bahan organik seperti alkoksida. Pempolimeran linear akan berlaku dengan pantas sebaik sahaja kandungan air meruap dan menghasilkan sol yang mempunyai sifat boleh mejam. Sol mestilah membentuk rantaian polimer secara linear bagi menghasilkan sifat aliran Newtonan iaitu kelikatan semestinya tidak bergantung kepada kadar ricih bagi membolehkan penghasilan gentian. Sol yang tidak mempunyai sifat Newtonan akan mewujudkan pempolimeran 3-dimensi dan tidak sesuai untuk menghasilkan gentian, sebagaimana yang telah dilaporkan oleh kajian-kajian terdahulu [Sakka, 1988; Mc Colm & Clark, 1988; Ramanan, 2002].

Keperluan sifat Newtonan ini juga dipersetujui oleh McColm dan Clark, (1988), yang melaporkan, bagi menghasilkan gentian panjang, sol yang dihasilkan mestilah mempunyai sifat Newtonan, yang akan membenarkan pembentukan gentian melalui kaedah mejam. Dengan kelikatan yang sesuai, gentian akan dihasilkan melalui alat mejam menggunakan daya mekanik yang sederhana. Jelasnya, keadaan sol diperolehi dalam kajian ini yang dicirikan dengan pempolimeran linear membantu menghasilkan gentian panjang melalui proses mejam.

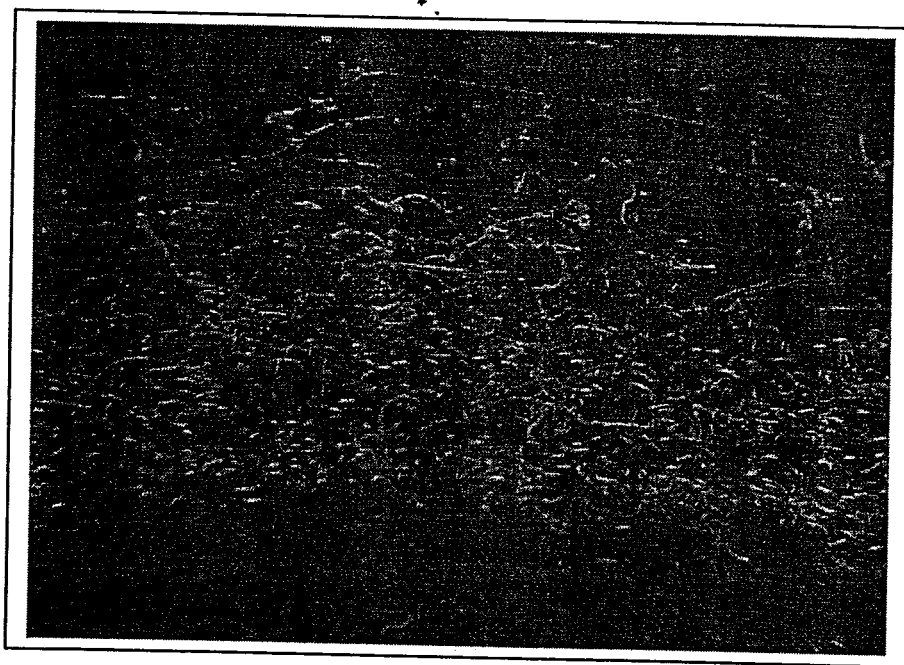
Sakka dan Kozuka (1988) telah melaporkan bahawa sol yang tidak mempunyai sifat bolehmejam mengandungi polimer atau pun partikel tak linear dan menganggap bahawa peningkatan kelikatan sol akan menyumbang kepada struktur-struktur rangkaian polimer tak linear. Keadaan ini akan menghasilkan serbuk tetapi tidak dapat menghasilkan gentian. Struktur rangkaian ini mudah pecah apabila dikenakan daya ricih dan tidak sesuai untuk penarikan gentian, lalu menunjukkan ciri-ciri bukan Newtonan pada julat kelikatan yang tinggi. Sol yang bersifat boleh mejam pula terdiri daripada polimer atau pun partikel linear. Peningkatan nilai kelikatan disebabkan oleh peningkatan kepadatan polimer linear berbanding struktur rangkaian dalam sol dan proses pemadatan akan berterusan sebelum pembentukan rangkaian 3-dimensi berlaku. Ini akan mengekalkan sifat Newtonan sol sehingga kepada keadaan kelikatan yang tinggi.

4.2.2.2 Proses Mejam

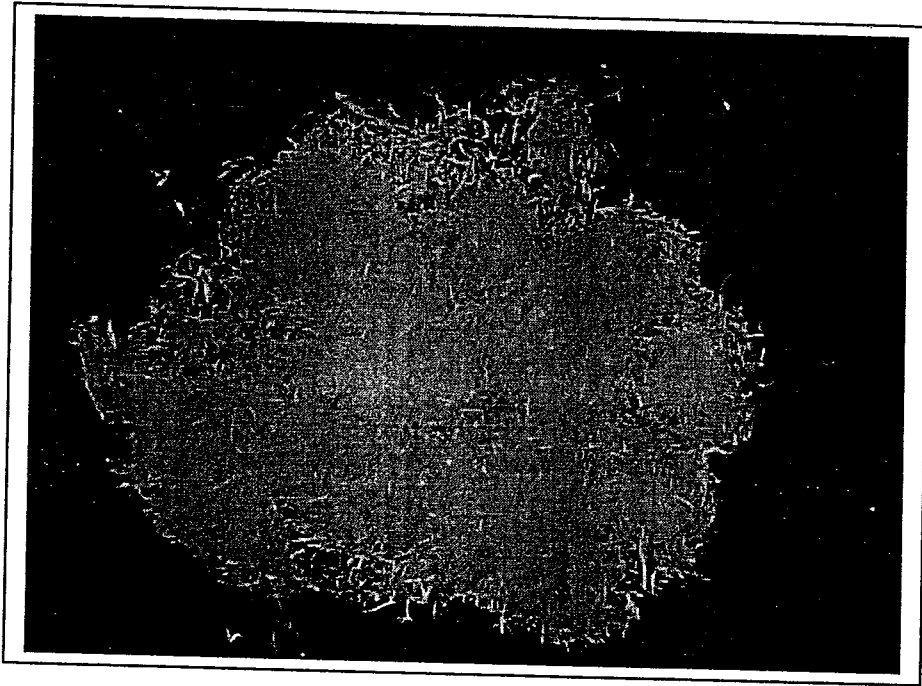
Proses mejam dilakukan ke atas sol yang telah menjalani proses pemekatan dan mencapai kelikatan yang sesuai. Dalam kajian ini, kelikatan yang dicatat ialah 7 Pa.s (70P) iaitu nilai kelikatan sebelum mencapai kelikatan sebenar bagi proses mejam. Ini bertujuan supaya sol tidak memejal dengan cepat bagi memastikan proses mejam boleh dijalankan selepas pengukuran kelikatan. Menurut kajian terdahulu, proses mejam boleh dijalankan ke atas sol yang berkelikatan antara 10 – 1000P [Sowman, 1988a]. Ki (1988) serta Venkatesh dan Ramanan (2002) pula menjalankan proses mejam gentian pada kelikatan sol sekitar 100P. Sol yang mempunyai kelikatan yang rendah akan menghasilkan bentuk serbuk hasil daripada sebaran titisan-titisan dan bukannya gentian sepertimana yang telah dilaporkan oleh Saka dan Kozuka (1988). Contoh gentian anum yang dihasilkan daripada sol yang mempunyai sifat boleh mejam ditunjukkan dalam Rajah 4.8 dan hasil dari sol yang tidak mempunyai sifat boleh mejam ditunjukkan dalam Rajah 4.9. Rajah 4.10 dan 4.11 pula menunjukkan gentian yang telah dikalsin.



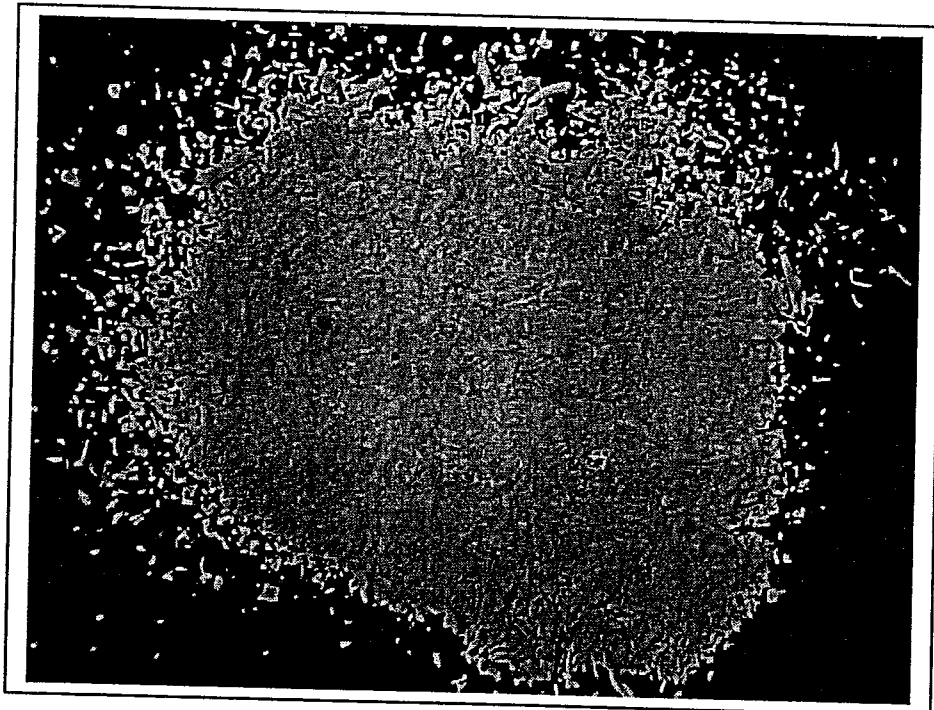
Rajah 4.8 Gentian anum yang dihasilkan daripada sol yang mempunyai sifat boleh mejam.



Rajah 4.9: Gentian anum yang dihasilkan daripada sol yang tidak mempunyai sifat boleh mejam.



Rajah 4.10: Gentian yang telah dikalsin daripada sol yang mempunyai sifat boleh mejam.



Rajah 4.11: Gentian yang telah dikalsin daripada sol yang tidak mempunyai sifat boleh mejam menunjukkan bentuk serbuk.

Rajah 3.10 hingga 3.13 menunjukkan perbezaan jelas antara gentian anum serta gentian yang telah dikalsin daripada sol yang mempunyai sifat boleh mejam dan sol yang tidak mempunyai sifat boleh mejam. Sol bersifat boleh mejam menghasilkan gentian selanjut sedangkan sol yang tidak bersifat boleh mejam memberikan hasilan yang berbentuk titisan (droplets). Ini membuktikan sol yang bersifat boleh mejam amat penting bagi menjayakan penghasilan gentian.

Ini jelas membuktikan bahawa kombinasi antara 0.5M ALN, nisbah molar ALP-0.5M ALN = 3 dengan tempoh pengadukan 24 jam sahaja dalam kajian ini yang merupakan parameter yang terbaik yang boleh membentuk sol boleh mejam bagi penghasilan gentian α -alumina.

4.2.2.3 Pengkalsinan dan Pensinteran Gentian

Pengkalsinan merupakan pemanasan sesuatu bahan atau campuran ke suhu tinggi tanpa berlakunya sebarang resapan, yang akan membebaskan jujuk-jujuk yang mudah meruap serta menghasilkan perubahan-perubahan fizikal. Pensinteran pula merupakan pengikatan serbuk melalui haba yang membolehkan wujudnya satu atau lebih mekanisme pergerakan atom bagi tautan antaramuka partikel [McColm, 1994]. Dalam kajian ini, gentian anum yang dihasilkan melalui proses mejam kemudiannya dikalsin dan disinter bagi mendapatkan gentian oksida. Pengkalsinan dijalankan pada suhu yang berbeza iaitu 500, 700, 900, 1000, 1100 dan 1200°C bagi mengenalpasti perubahan fasa yang berlaku serta memastikan kewujudan fasa yang dikehendaki iaitu α -alumina. Ini dapat dikesan melalui analisis XRD.

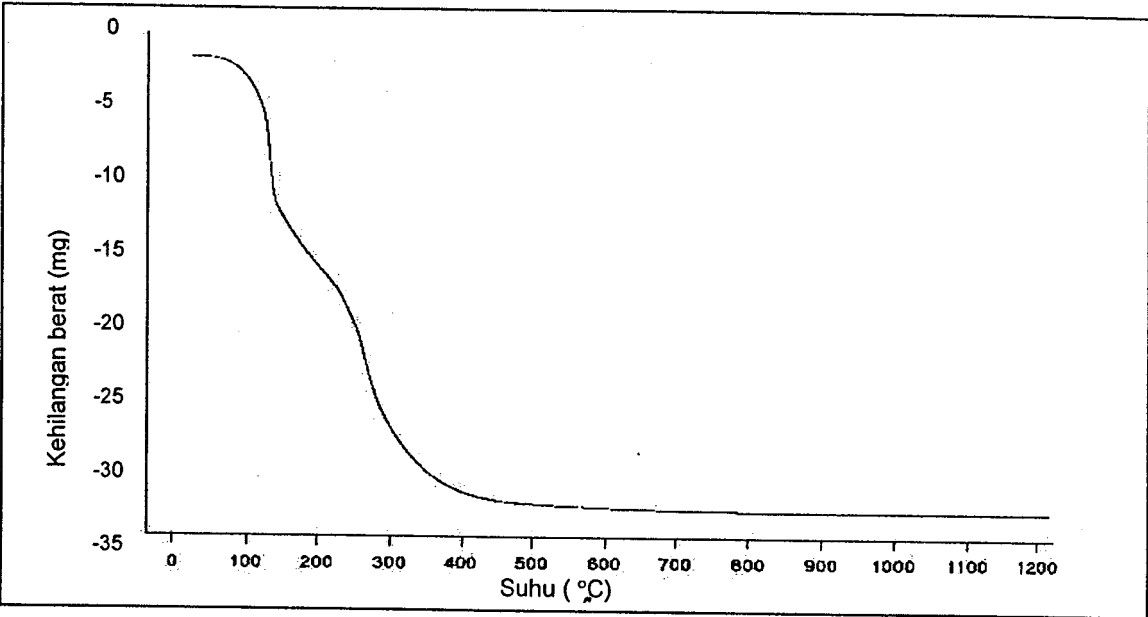
4.2.3 Pencirian

Pencirian yang dijalankan adalah meliputi pencirian ke atas sol bahan mula alumina yang disediakan, gentian anum yang dihasilkan serta gentian yang telah dikalsin.

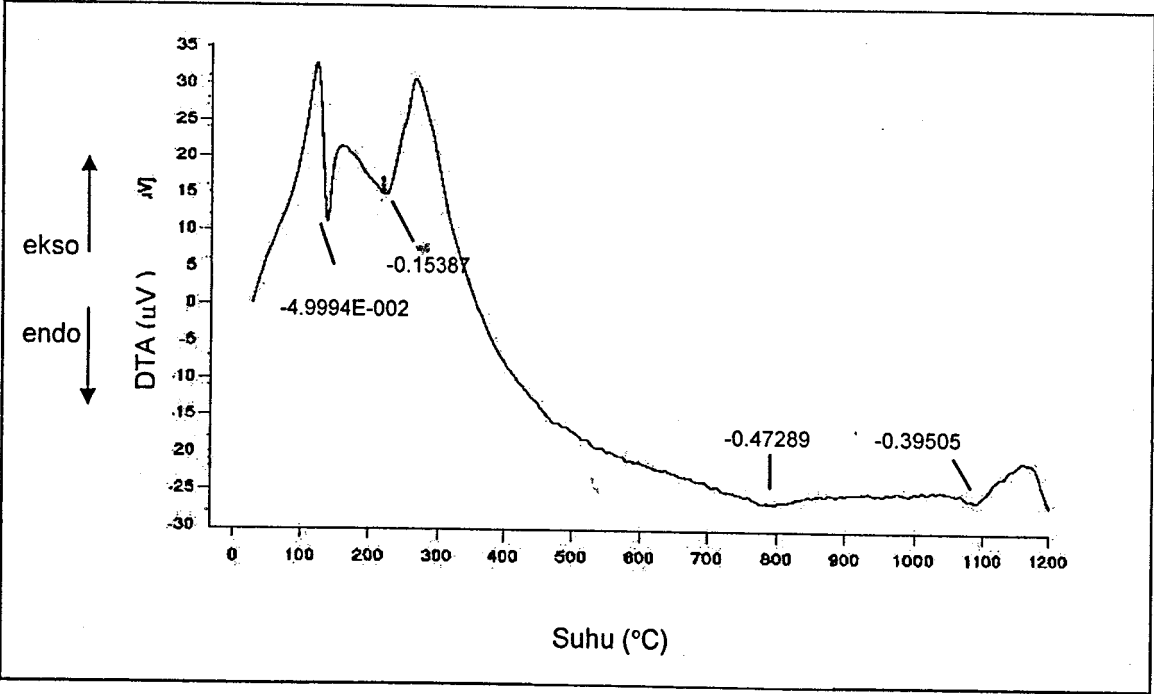
4.2.3.3 Analisis Haba

Analisis haba dijalankan ke atas gentian anum yang dihasilkan dari komposisi yang terbaik iaitu daripada sol dengan nisbah molar ALP-0.5M ALN=3, menggunakan dua teknik iaitu termogravimetri (TG) dan analisis kebezaan haba (DTA). Suhu yang

dikenakan sehingga 1200 °C dengan kadar pemanasan 5 °C/min. Keputusan yang diperolehi ditunjukkan dalam Rajah 4.14 (TG) dan 4.15 (DTA). Perubahan kehilangan jisim serta perubahan suhu hanya dikesan sepanjang pemanasan sahaja.



Rajah 4.12: TG bagi gentian anum dari sol dengan nisbah molar ALP-0.5M ALN=3 dengan pemanasan sehingga 1200 °C dengan kadar pemanasan 5 °C/min.



Rajah 4.13: DTA bagi gentian anum dari sol dengan nisbah molar ALP-0.5M ALN=3 dengan pemanasana sehingga 1200 °C dengan kadar pemanasan 5 °C/min.

Keputusan menunjukkan pada julat suhu yang rendah iaitu dari suhu bilik ke suhu sekitar 100 °C terdapat kehilangan berat yang agak seragam. Kehilangan berat ini bertambah sehingga ke suhu sekitar 250 °C. Kehilangan berat ini juga ditunjukkan oleh puncak endotermik pada analisis DTA. .

Pada julat suhu antara 250 °C hingga 450 °C pula, kehilangan berat semakin jelas dalam analisis TG. DTA juga merekodkan puncak endotermik yang agak tinggi. Ini mungkin disebabkan oleh pemeruapan bahan organik yang hadir dalam bahan mentah yang digunakan dalam sampel. Faktor lain bagi puncak endotermik ini juga adalah dipercayai disebabkan oleh pemeruapan air.

Namun, selepas suhu 450 °C, tiada pertambahan kehilangan berat dicatatkan. Berat sampel stabil selepas suhu ini disebabkan tiada lagi bahan yang boleh meruap yang dibebaskan. Jisim yang tinggal merupakan jisim bahan seramik yang telah mengalami perubahan daripada bahan gentian anum. Pada DTA, sedikit puncak endotermik dikesan sekitar suhu 800 °C, dipercayai merujuk kepada perubahan fasa alumina daripada γ kepada μ -Al₂O₃ [Birchall, 1983].

Seterusnya TG menunjukkan kehilangan berat yang stabil, namun DTA menunjukkan terdapat puncak endotermik yang jelas pada suhu sekitar 1100 °C. Ini adalah merujuk kepada pembentukan fasa α dalam gentian yang dihasilkan, sebagaimana yang telah dibuktikan dalam analisis XRD [Birchall, 1983].

4.2.3.4 Analisis Pembelaan Sinar - X (XRD)

Analisis pembelaan sinar-X dilakukan ke atas gentian yang telah dikalsin/sinter untuk mengesan kehadiran fasa α -alumina yang dikehendaki serta perubahan fasa yang berlaku. Dalam kajian ini, perubahan fasa dikaji dengan mengkalsinkan gentian anum pada enam suhu yang berbeza iaitu 500 °C, 700 °C, 900 °C, 1000 °C, 1100 °C dan 1200 °C dengan kadar pemanasan 5 °C/min.

Keputusan ujian pembelaan sinar-X menunjukkan perubahan fasa pada suhu pengkalsinan yang berbeza (Rajah 4.14) dan diringkaskan dalam Jadual 4.2. Kehadiran fasa α yang diperlukan mula dikesan pada suhu sekitar 1000 °C dan menjadi fasa

tunggal pada suhu 1200 °C. Bukti pembentukan fasa α pada suhu 1200 °C ditunjukkan dalam Rajah 4.15.

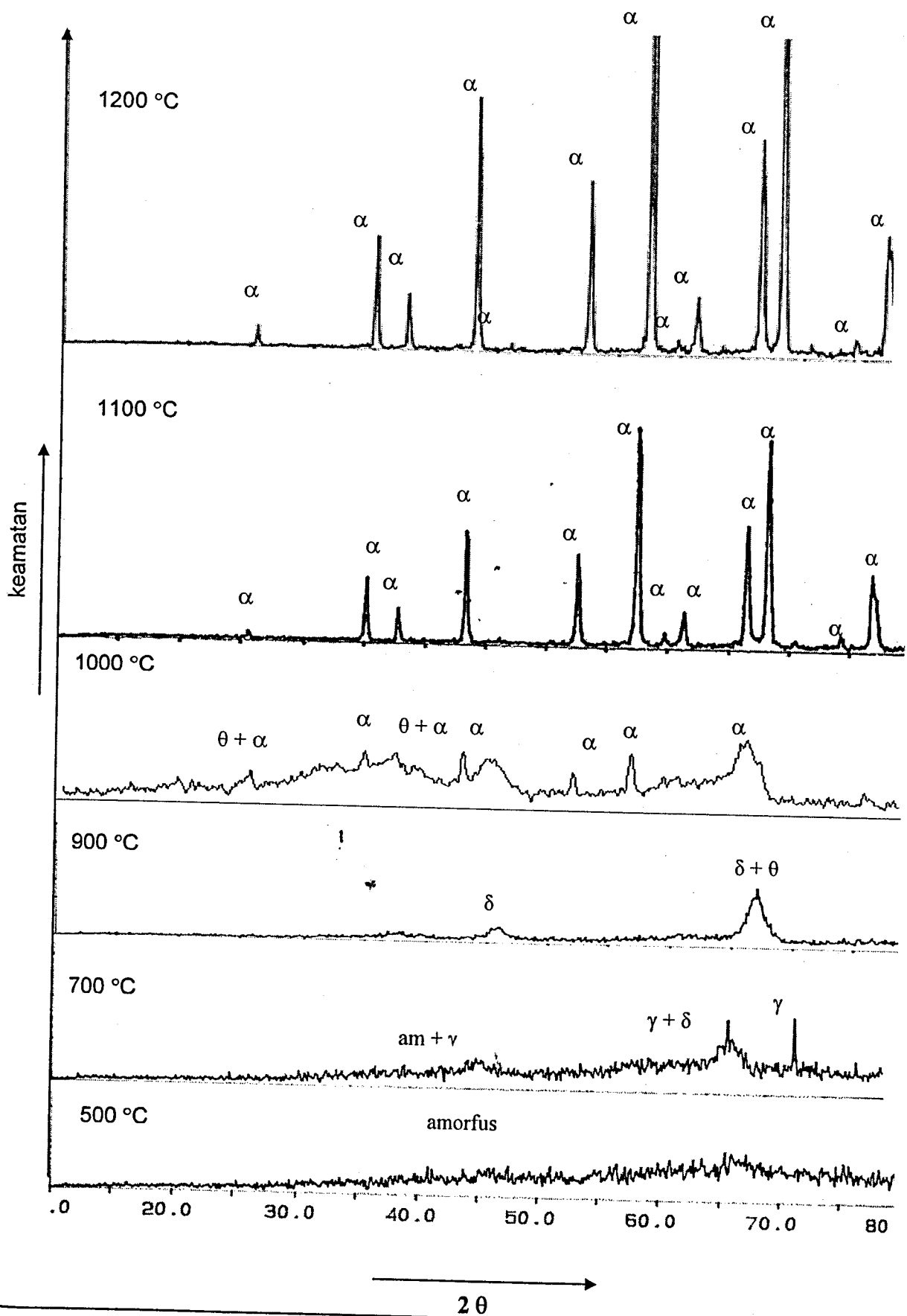
Jadual 4.2: Perubahan fasa dalam gentian alumina yang dihasilkan dalam kajian.

Suhu Pengkalsinan (°C)	Fasa
500	am
700	$\gamma + \delta$
900	$\delta + \theta$
1000	$\theta + \alpha$
1100	α
1200	α

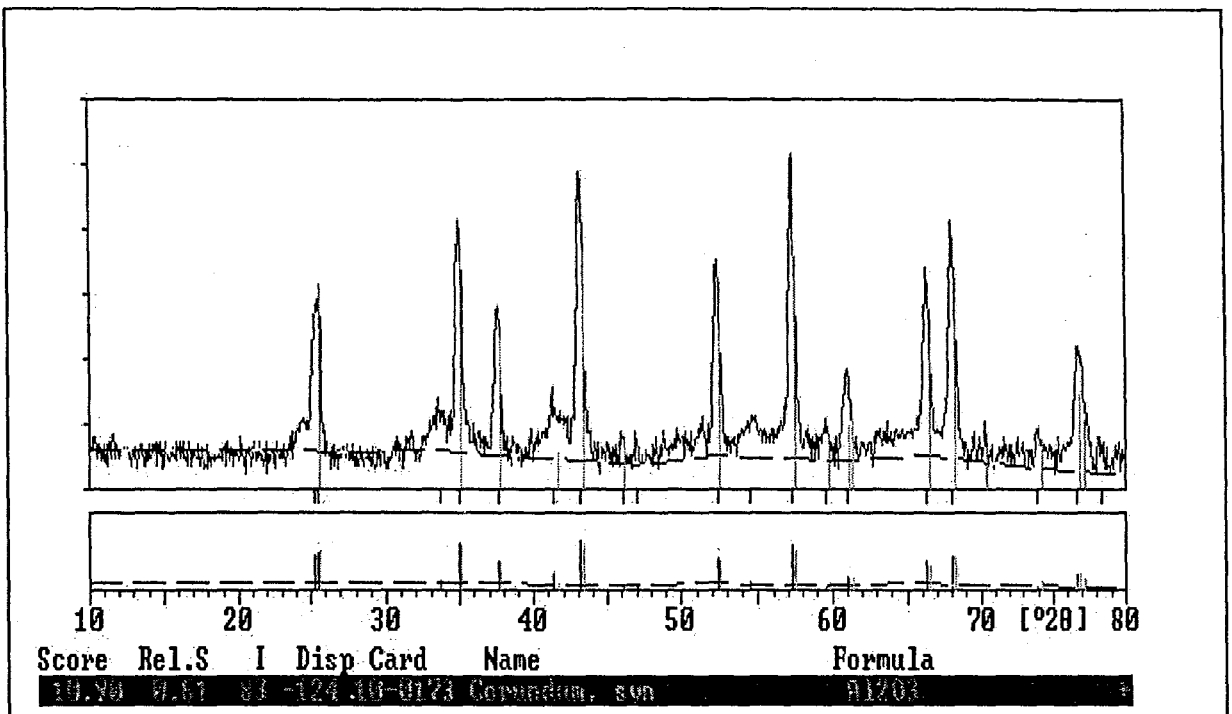
Nota :

- am= amorfus.
- γ = gamma alumina, ICDD: 10-425.
- δ = delta alumina, ICDD: 16-394.
- θ = theta alumina, ICDD: 11-517.
- α = alfa alumina, ICDD: 10-173.

Keputusan analisis pembelauan sinar-X menunjukkan pada suhu 500°C, tiada perubahan fasa yang berlaku iaitu keseluruhannya dalam keadaan amorfus. Fasa eta yang berkemungkinan wujud [Birchall, 1983] pada suhu ini tidak dikesan dalam kajian ini. Perubahan fasa dalam kajian ini mula dikesan pada suhu 700 °C dan fasa yang hadir ialah fasa gama (γ) dan delta (δ). Fasa gama (γ) kemudiannya semakin berkurang dengan kenaikan suhu pengkalsinan sehingga tidak dikesan langsung pada suhu 900 °C. Pada suhu tinggi sebegini, iaitu 900 °C fasa dikesan ialah delta (δ) dan theta (θ). Kemudiannya fasa δ semakin berkurang sehinggalah tiada langsung pada suhu 1000 °C. Pada suhu ini, fasa α mula terbentuk sehinggalah menjadi fasa tunggal pada suhu 1100 °C.



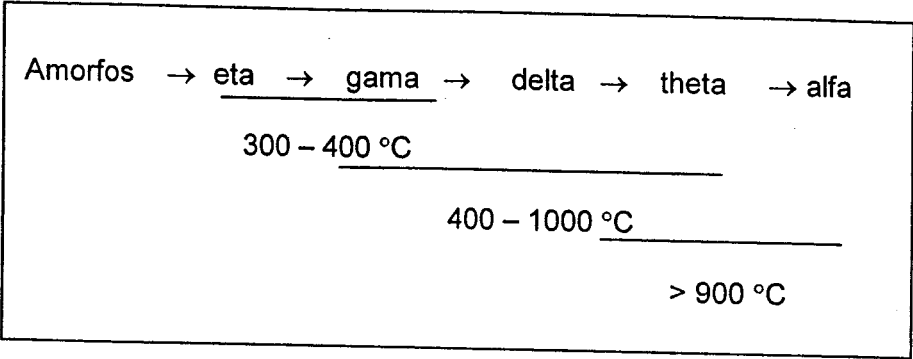
Rajah 4.14 : Perubahan fasa dalam gentian yang dihasilkan mengikut suhu pemanasan.



Rajah 4.15: Pembuktian kehadiran fasa α -alumina.

Namun, pada suhu 1100 °C, keamatan puncak-puncak yang mewakili fasa α adalah kurang jelas. Oleh itu, pembuktian fasa α dilakukan dengan cara melakukan analisis pembelauan sinar-X ke atas gentian yang dikalsin/sinter pada suhu 1200 °C. Pada suhu ini, fasa α yang terbentuk amat jelas kelihatan. Oleh itu, jelas dari kajian ini, gentian alumina dengan fasa α telah berjaya dihasilkan melalui aturan yang dikaji, iaitu melalui kaedah sol gel menggunakan aturan alkoksida yang menggunakan bahan mentah dalam bentuk serbuk. Aturan ini tidak pernah digunakan untuk hasilkan gentian alumina, memandangkan banyak kajian persuratan menyatakan kaedah ini tidak boleh berjaya.

Dalam kajian yang telah dijalankan oleh Birchall (1983) bagi menghasilkan gentian polihablur alumina, perubahan fasa alumina mengikut suhu pengkalsinan diberikan secara umum sebagai rujukan seperti dalam Rajah 4.16, kerana suhu bagi kehadiran fasa-fasa tersebut dikesan boleh berubah-ubah. Namun, menurut Hyuk-Joon dan rakan-rakan (1999), perubahan fasa α menjadi lengkap pada suhu sekitar 1200 °C.

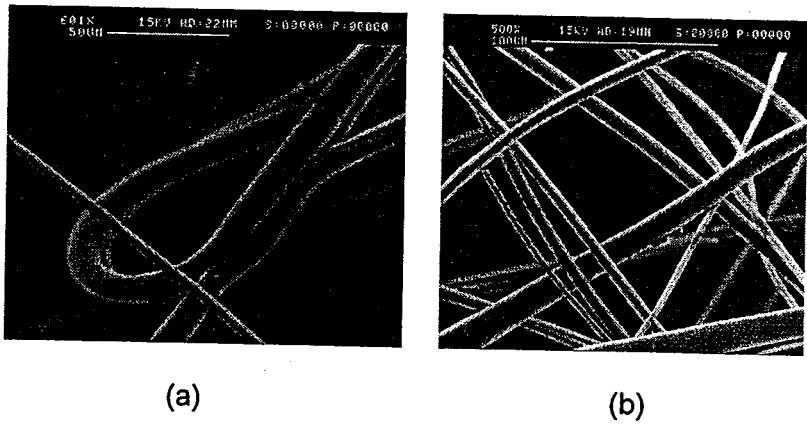


Rajah 4.16: Perubahan fasa alumina [Birchall, 1983].

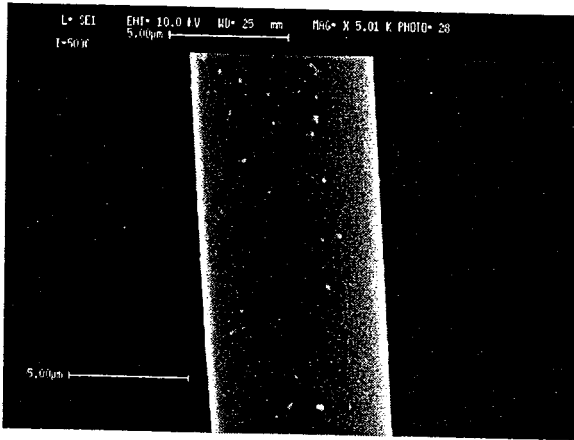
Fasa α -alumina penting untuk diperolehi untuk tujuan kegunaan sebagai seramik struktur, sebagaimana kegunaan dalam sistem komposit kerana gentian berhablur yang mengandungi jumlah fasa α yang tinggi serta bebas atau kurang fasa kekaca adalah sangat stabil secara kimia [Birchall, 1983; Ramanan & Sutapa, 2000; Sivarajan et al., 2000].

4.2.3.5 Mikroskopi Imbasan Elektron (SEM)

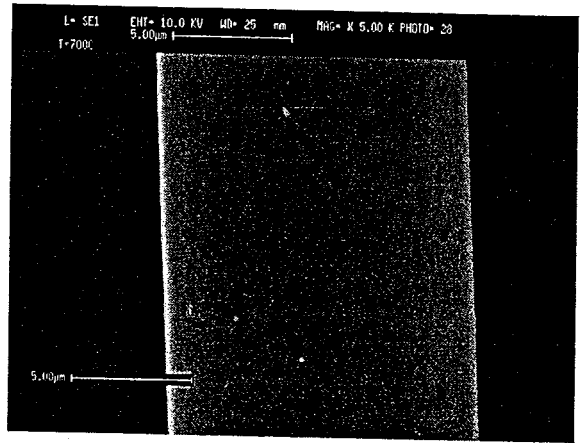
Analisis SEM dijalankan ke atas gentian anum serta gentian yang dikalsin dan disinter pada kesemua suhu iaitu 500 °C, 700 °C, 900 °C, 1000 °C, 1100 °C dan 1200 °C pada kadar 5°C/min. Ini bertujuan untuk mengkaji kesan suhu pengkalsinan dan pensinteran kepada gentian yang dihasilkan dan juga peratus pengecutan yang berlaku serta diameter gentian yang dihasilkan (sebelum dan selepas kalsin/sinter). Secara umumnya, gentian terkalsin/sinter yang dihasilkan mempunyai sifat boleh lentur dengan diameter yang hampir seragam. Ini ditunjukkan dalam Rajah 4.17. Rajah 4.18 pula menunjukkan perbezaan permukaan gentian yang dikalsin/sinter pada suhu yang berbeza.



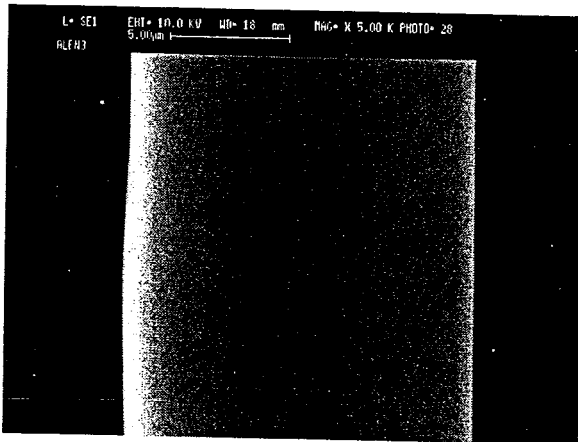
Rajah 4.17: (a) sifat boleh lentur pada gentian dan (b) diameter gentian yang hampir seragam.



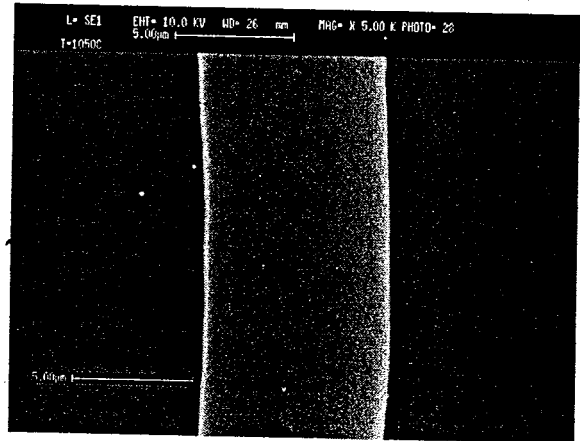
(a) 500 °C



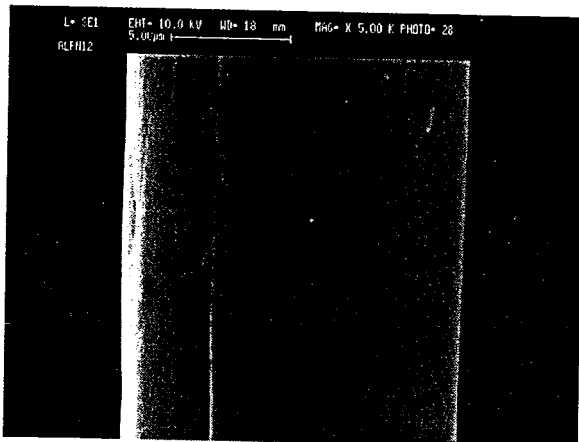
(b) 700 °C



(c) 900 °C



(d) 1100 °C

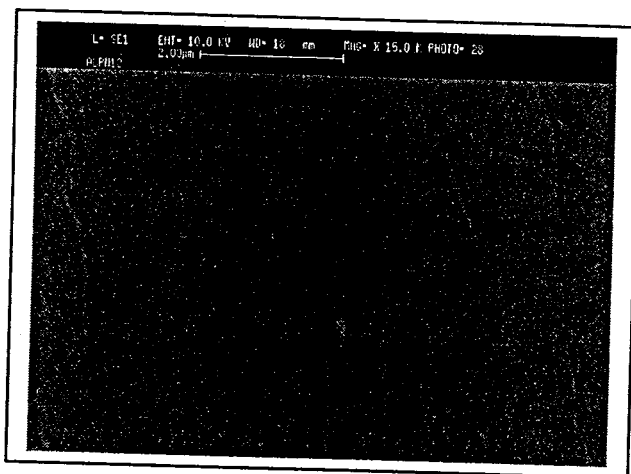


(e) 1200 °C

Rajah 4.18: Perbezaan permukaan gentian yang dikalsin/sinter pada suhu yang berbeza.

Ciri-ciri penting yang diperlukan pada gentian yang digunakan sebagai tetulang ialah sifat boleh lentur [Bunsell & Berger, 2000]. Kehadiran saiz butir yang agak besar pula berkemungkinan disebabkan kehadiran fasa alfa yang mempunyai ketumpatan isipadu neukleus yang rendah [Wilson & Visser, 2001]. Diameter yang diperolehi iaitu antara 10-20 μm . Walau bagaimanapun memenuhi keperluan untuk digunakan dalam komposit kerana menurut Bunsell dan Berger (2000), diameter gentian yang sesuai untuk digunakan sebagai tetulang adalah antara 10-20 μm . Diameter yang halus iaitu sekitar 1 μm boleh berbahaya kepada kesihatan iaitu akan menghalang struktur alveolus dalam paru-paru. Salah satu gentian $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ selanjat yang dihasilkan secara komersial iaitu gentian FP (E.I du Pont de Nemours and Co.) juga terdiri daripada gentian berdiameter 20 μm dan sesuai digunakan sebagai tetulang dalam komposit [Sowman & Johnson 1990]. Oleh yang demikian, gentian yang dihasilkan dalam kajian ini boleh dikaji keberkesanannya sebagai tetulang dalam komposit matriks logam.

Analisis SEM pada gentian yang dikalsin/sinter pada suhu yang berbeza menunjukkan permukaan yang kasar boleh dilihat pada gentian yang dikalsin/sinter pada 500 $^{\circ}\text{C}$ tetapi permukaan yang agak licin dihasilkan pada gentian yang dikalsin/sinter pada suhu 700 $^{\circ}\text{C}$ dan gentian yang licin pada suhu 900 $^{\circ}\text{C}$, 1100 $^{\circ}\text{C}$ dan 1200 $^{\circ}\text{C}$. Analisis SEM juga menunjukkan pengecutan sekitar 50% dengan diameter gentian sebelum kalsin/sinter (20-30 μm) dan selepas kalsin/sinter (10-20 μm). Pengecutan berlaku disebabkan oleh pembebasan air serta jujuk-jujuk yang boleh meruap ketika pengkalsinan/pensinteran. Pertumbuhan butir dikesan pada gentian yang dikalsin (1200 $^{\circ}\text{C}$) dengan saiz antara 2-3 μm (Rajah 4.19).



Rajah 4.19: Pertumbuhan butir pada 1200 $^{\circ}\text{C}$ antara 2-3 μm .

4.3 Bahagian B: Perbandingan Sifat Utama Komposit Matriks Logam (KML) Yang Menggunakan Gentian $\mu\text{-Al}_2\text{O}_3$ Yang Dihasilkan Dalam Penyelidikan Ini Dengan Gentian Alumina Lain.

4.3.1 Pendahuluan

Setelah dihasilkan gentian $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$, maka kajian dilanjutkan dengan kajian Komposit Matriks Logam (KML). Penghasilan serta pencirian KML menggunakan serbuk aluminium sebagai matriks dilakukan menggunakan 3 sumber gentian alumina yang berlainan. Sebagai tetulang, gentian $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ yang disediakan daripada penyelidikan Bahagian A iaitu Alk serta dua gentian komersial iaitu Almax (Mitsui Mining Co. Ltd, Japan), Saffil (Saffil, USA). Sebanyak 10% berat bahan tetulang (gentian alumina) digunakan, berdasarkan kajian terdahulu [Mohd Nazree et al., 2003; Samuel, 2003; Kaczmar & Kainer, 1992]. Penghasilan KML ini bertujuan untuk membandingkan kesan penggunaan gentian $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ yang berbeza sumber-sumbernya.

4.3.2 Pencirian KML

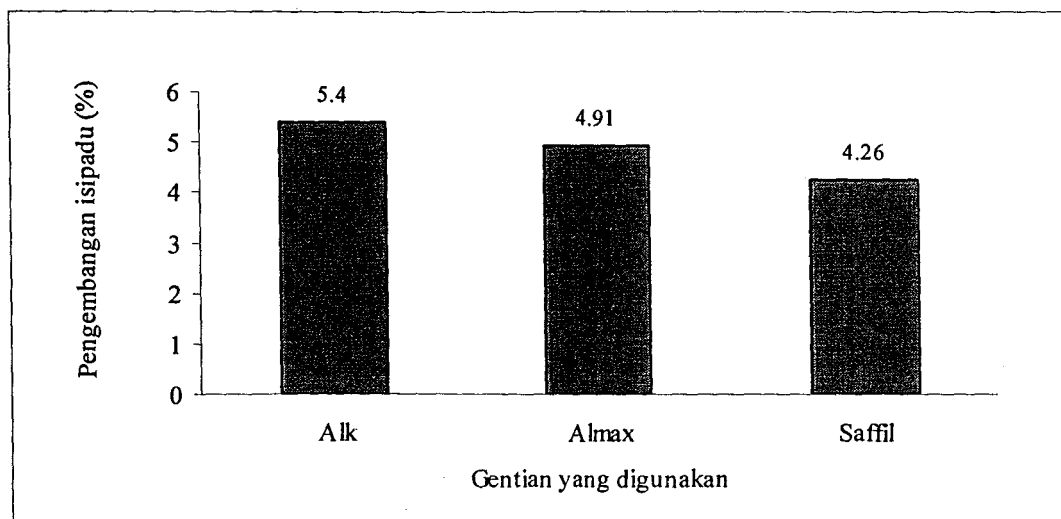
Pencirian dijalankan ke atas KML tersinter yang dihasilkan. Terdapat 7 teknik pencirian yang dijalankan bagi tujuan perbandingan iaitu:

1. Ujian Pengembangan Linear.
2. Ujian Ketumpatan Pukul Dan Keliangan Ketara.
3. Analisis Pembelauan Sinar-X (XRD).
4. Ujian Lentur Tiga Titik.
5. Ujian Kekerasan (Vicker).

4.3.2.1 Ujian Pengembangan Linear

Ujian pengembangan dijalankan ke atas sampel KML yang telah disinter pada suhu 600 °C dengan kadar pemanasan 10°C/min selama 7 jam iaitu melibatkan proses pembauran tanpa peleburan untuk menghasilkan padatan. Pengembangan pada sampel dikesan setelah membuat perbandingan dimensi sebelum dan selepas sinter. Ujian ini perlu dilakukan bagi melihat perubahan yang berlaku ke atas dimensi kerana perubahan dimensi merupakan sesuatu yang perlu dikawal bagi memperolehi komponen dengan dimensi yang tepat sebagaimana yang dikehendaki.

Sebagai perbandingan, hanya peratus pengembangan isipadu sahaja ditunjukkan seperti dalam Rajah 4.20.



Rajah 4.20: Peratus pengembangan isipadu bagi komposit dengan gentian yang berbeza yang disinter pada 600 °C selama 7 jam.

Semua KML yang dihasilkan menunjukkan pengembangan selepas disinter. Peratus pengembangan adalah rendah iaitu kurang dari 6%. Walau bagaimanapun, gentian α - Al_2O_3 yang dihasilkan melalui kaedah ALP/ALN adalah tidak jauh berbeza dengan kedua-dua gentian komersial (Almax dan Saffil).

Pada kebiasaannya, sesuatu sampel yang disinter akan mengalami proses pengecutan kerana pertumbuhan butir akan berlaku serta liang-liang akan tertutup. Namun, dalam kajian ini, kesemua sampel yang dihasilkan mengalami pengembangan selepas proses pensinteran. Perkara yang sama juga telah berlaku dalam kajian sistem komposit Zn/SiC [Julie et al., 2003], Al/ $\text{Al}_2\text{O}_3(\eta)$ [Mohd Nazree, et al., 2003] dan Al/ $\text{Al}_2\text{O}_3(\text{partikel})$ [Khairul Rafezi, et al., 2003a].

Fenomena pengembangan ini dipercayai berlaku disebabkan oleh pengembangan gas yang terperangkap dalam sampel. Apabila pemadatan dilakukan, gas-gas yang terdapat dalam liang akan terperangkap. Gas-gas tersebut pula kemungkinan terdiri daripada gas N_2 dan O_2 . Oleh itu, gas N_2 akan mengembang dan gas O_2 pula membentuk oksida logam. Fenomena ini juga telah dilaporkan dalam kajian-kajian sebelum ini [Lenel, 1980; Julie et al., 2003; Mohd Nazree, et al., 2003; Khairul Rafezi, et al., 2003a].

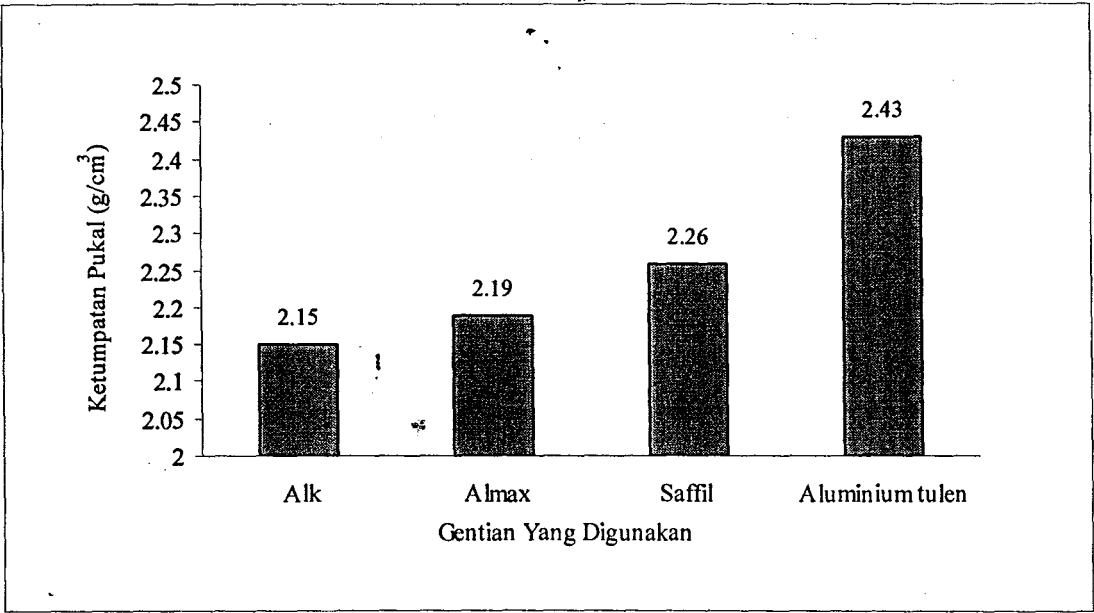
Akan tetapi, kejadian pengembangan yang berlaku ini juga boleh disebabkan oleh terdapatnya penyerapan air daripada atmosfera atau air daripada permukaan fasa tetulang dan matriks. Hasil daripada penyerapan air, gas seperti wap air dan hidrogen akan terhasil dan terperangkap dalam sampel tersebut. Fenomena ini disebut

pembuangan gas. Dalam KML, gas hidrogen dan wap air merupakan hasil utama semasa pembuangan gas manakala aluminium dan alumina ialah hasil dalam keadaan pepejal. Fenomena pembuangan gas akan menjadi bertambah serius jika sampel disinter dalam keadaan atmosfera yang kaya dengan oksigen, sebagaimana yang telah dilaporkan oleh Clyne (2000).

Dari segi pengembangan yang berlaku, pengembangan pada KML yang menggunakan gentian dari kajian ialah hampir setara dengan KML yang menggunakan gentian lain. Oleh itu, keupayaan gentian yang dikaji boleh dikatakan setanding dengan gentian lain yang dibandingkan.

4.3.2.2 Ujian Ketumpatan Pukal dan Keliangan Ketara

Ujian ketumpatan pukal dan keliangan ketara dalam jasad pepejal dilakukan berdasarkan prinsip Archimedes. Keputusan ujian ketumpatan pukal serta keliangan ketara ditunjukkan dalam Rajah 4.21 dan 4.22.

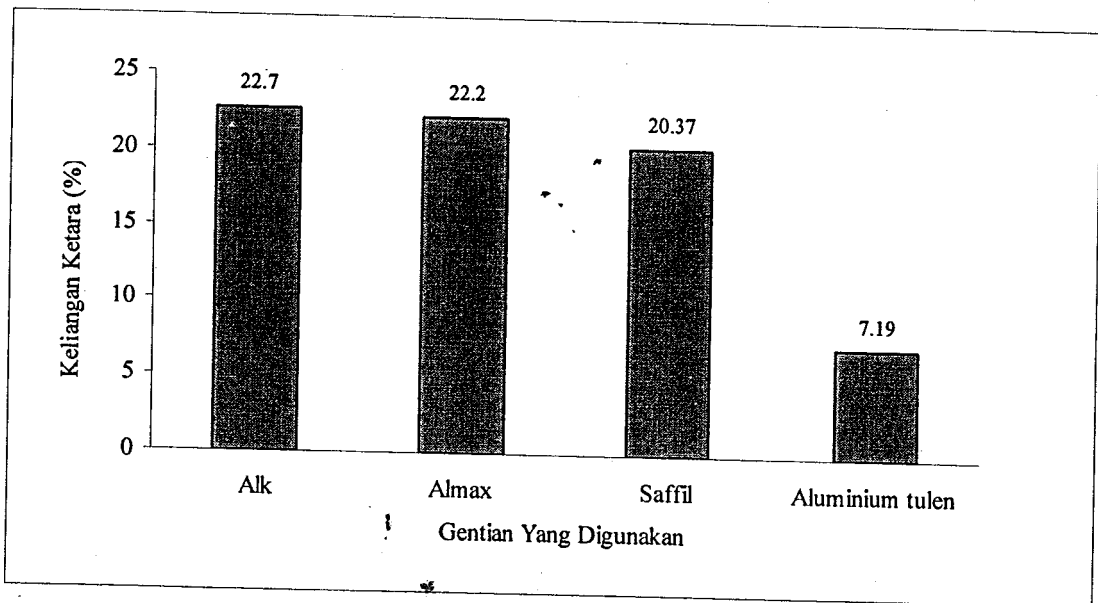


Rajah 4.21: Ketumpatan pukal bagi komposit dengan gentian yang berbeza yang disinter pada 600 °C selama 7 jam.

Keputusan ujian ketumpatan ke atas komposit menggunakan gentian yang berbeza memberikan nilai ketumpatan pukal yang lebih rendah berbanding dengan ketumpatan teori bagi jasad aluminium tulen iaitu 2.43 g/cm³. Ketumpatan serbuk aluminium yang digunakan ialah 2.4 g/cm³ serta ketumpatan gentian alumina yang digunakan ialah 3.6 g/cm³ dengan nisbah peratus berat gentian:matriks yang digunakan adalah 10:90.

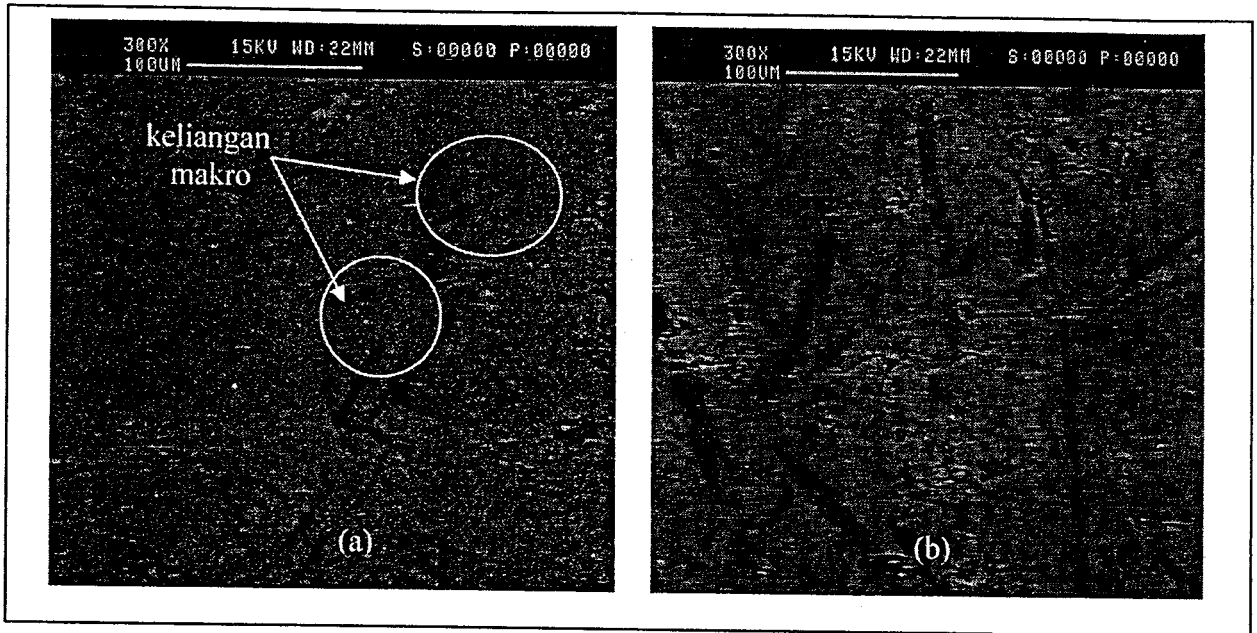
Keputusan ujian ketumpatan pukal bagi komposit-komposit yang dihasilkan menunjukkan nilai ketumpatan di antara 2.19 hingga 2.26 g/cm³ sahaja. Menariknya, penggunaan gentian yang dihasilkan dalam kajian ini menerbitkan komposit berketumpatan paling rendah berbanding tetulang hasil komersil.

Keputusan yang diperolehi ini bersesuaian dengan kenyataan yang diberikan oleh Martinez- Florez dan rakan-rakan (2003), bahawa kelebihan penambahan bahan seramik atau partikel-partikel seramik dalam matriks logam adalah untuk mengurangkan ketumpatan bahan hasilan atau pun komposit yang dihasilkan. Pengurangan ketumpatan ini adalah disebabkan oleh susunan serta orientasi tetulang yang tak seragam. Komposit yang mempunyai nilai keliangan yang paling rendah menghasilkan ketumpatan paling tinggi.



Rajah 4.22: Peratus keliangan ketara bagi komposit dengan gentian yang berbeza yang disinter pada 600 °C selama 7 jam.

Kehadiran liang-liang makro antara gentian dan bahan matriks juga boleh dilihat dalam kajian SEM pada KML dengan Alk yang memberikan keliangan yang paling tinggi berbanding dengan Saffil yang memberikan keliangan paling rendah. (Rajah 4.23 (a) dan (b)). Namun, sifat ketumpatan pukal yang lebih tinggi diperlukan dan penting kerana ini menunjukkan kehadiran keliangan yang lebih rendah, sesuai dengan kehendak asal penghasilan komposit [German, 1997].

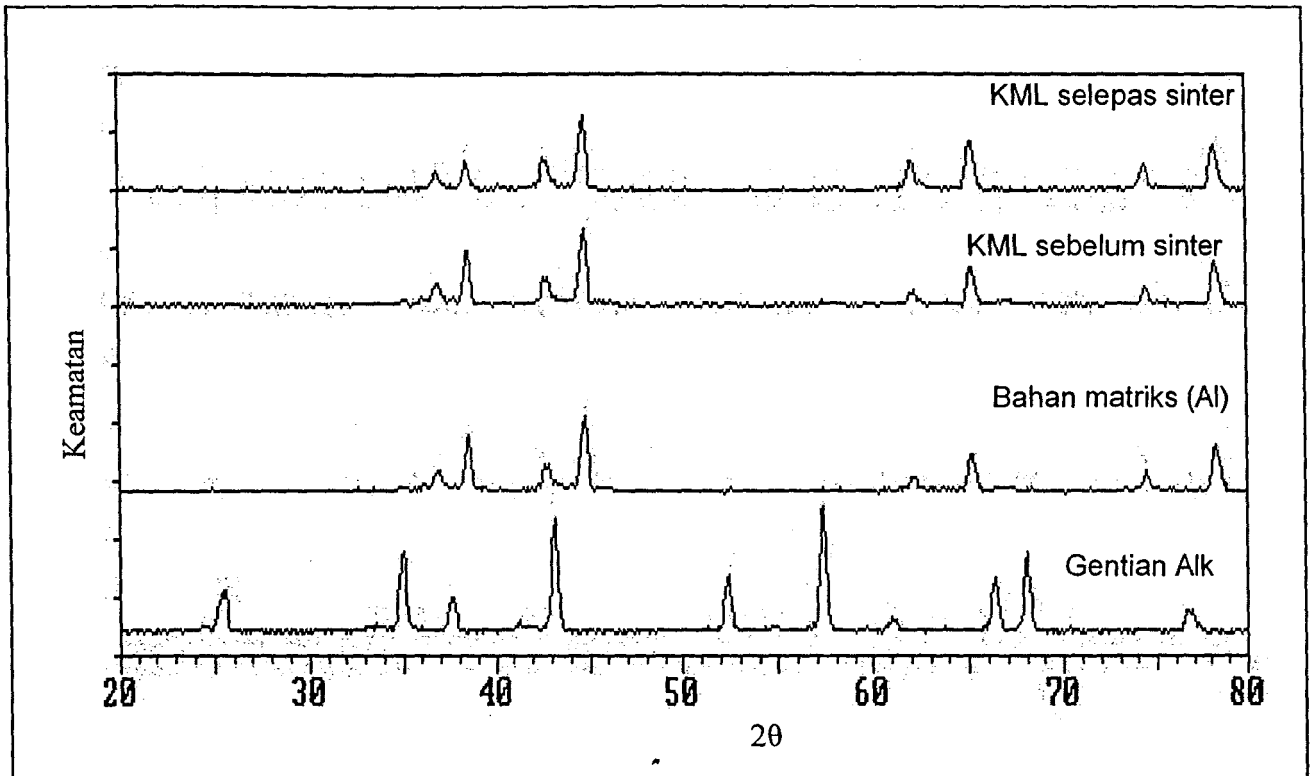


Rajah 4.23: Keliangan makro yang lebih besar hadir pada (a) Alk1, berbanding pada (b) Saffil.

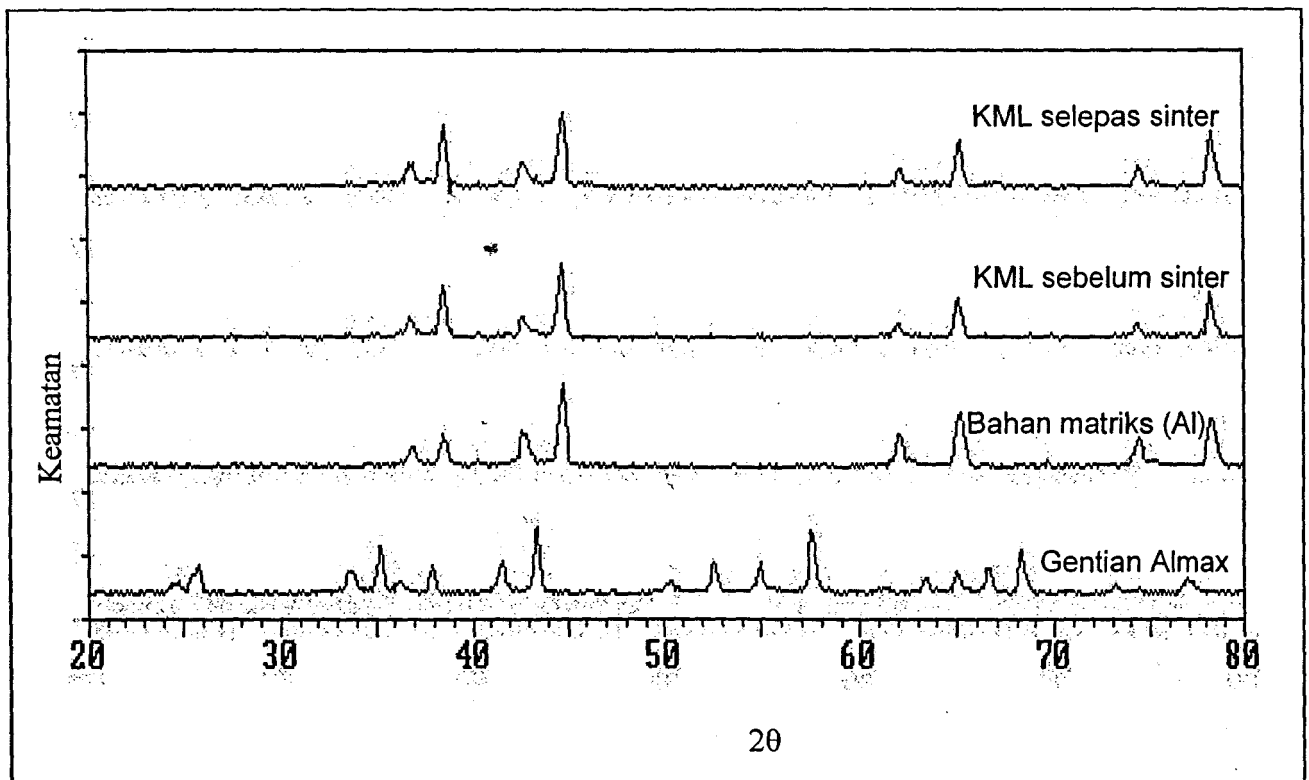
4.3.2.3 Analisis Pembelaan Sinar-X (XRD)

Daripada keputusan ujian XRD ke atas KML yang ditetulangi gentian yang berbeza (Rajah 4.24– 4.26), secara keseluruhan boleh dikatakan fasa yang dapat dikesan bagi KML merupakan aluminium dan fasa dari gentian. Ini menunjukkan tiada fasa baru yang wujud yang membuktikan tiada tindakbalas antara bahan matriks dan gentian yang digunakan. Sebagaimana yang telah dilaporkan oleh Clyne (1997) iaitu aluminium dan alumina tidak akan bertindakbalas pada suhu 600 °C untuk menghasilkan fasa baru.

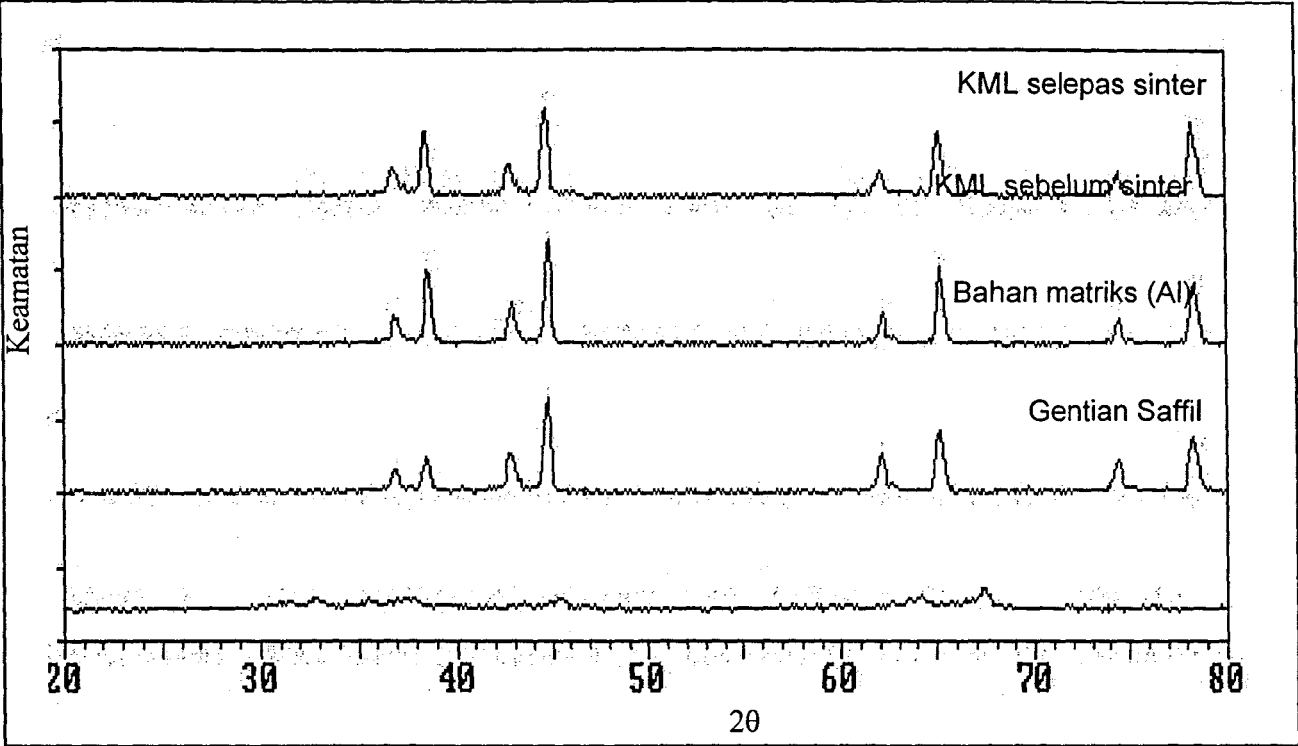
Oleh itu, dari segi tindakbalas dengan bahan matriks gentian yang dihasilkan melalui kajian ini (Bahagian A) adalah setanding dengan gentian komersial yang digunakan.



Rajah 4.24: Perbandingan keputusan XRD bagi KML menggunakan Alk.



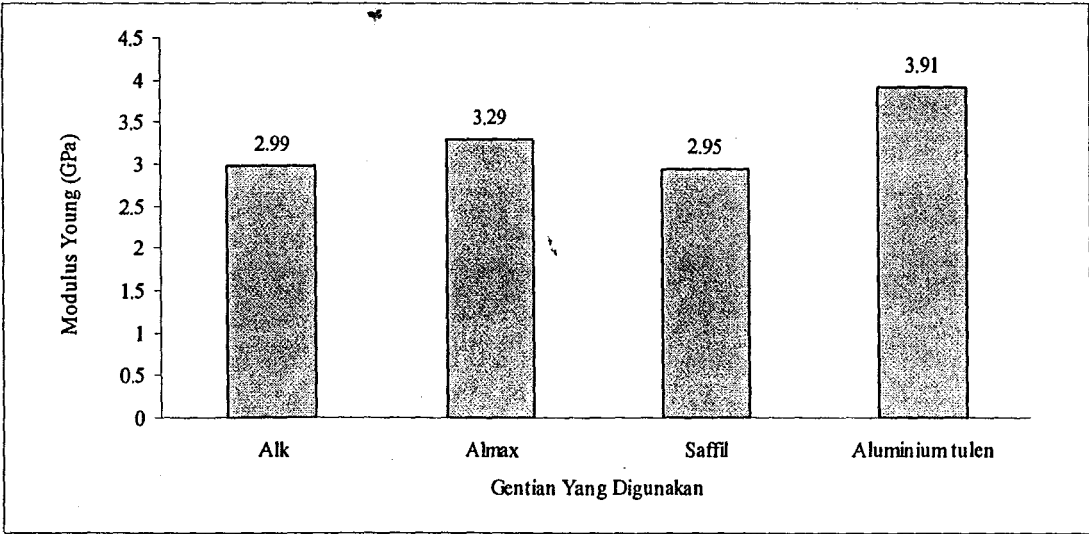
Rajah 4.25: Perbandingan keputusan XRD bagi KML menggunakan Almax.



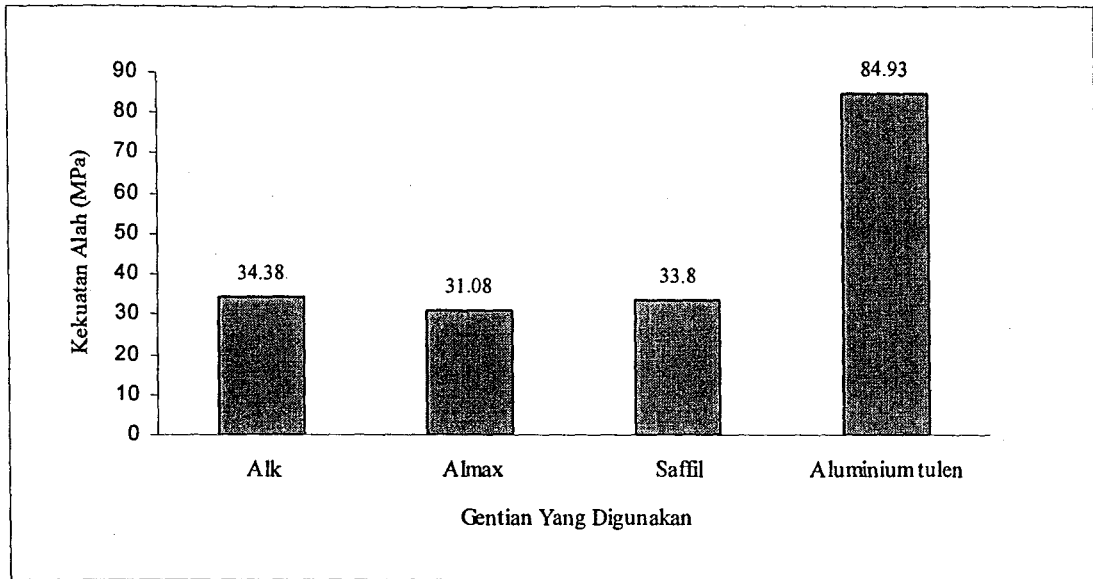
Rajah 4.26: Perbandingan keputusan XRD bagi KML menggunakan Saffil.

4.3.2.4 Ujian Lentur Tiga Titik

Ujian lentur 3 titik memberikan nilai kekuatan alah dan Modulus Young, E, yang mewakili sifat kekakuan bagi KML yang dihasilkan. Nilai E adalah sangat berkait rapat dengan kekuatan dan kekerasan komposit yang dihasilkan. Perbandingan nilai kekuatan alah serta Modulus Young bagi sampel yang berbeza ditunjukkan dalam Rajah 4.27 dan 4.28.

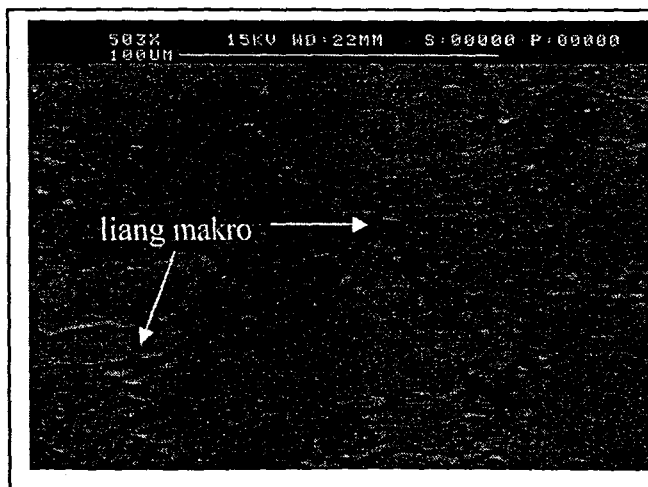


Rajah 4.27: Nilai Modulus Young bagi komposit dengan gentian yang berbeza yang disinter pada 600 °C selama 7 jam.



Rajah 4.28: Nilai kekuatan alah bagi komposit dengan gentian yang berbeza yang disinter pada 600 °C selama 7 jam.

Secara umumnya boleh dinyatakan bahawa nilai Modulus Young serta kekuatan alah bagi kesemua KML yang dikaji adalah lebih rendah berbanding nilai modulus Young serta kekuatan alah bagi jasad aluminium tulen. Nilai Modulus Young dan kekuatan alah bagi jasad aluminium tulen masing-masing adalah 3.91 GPa dan 84.93 MPa. Nilai kekuatan alah menurun sekitar 60% bagi kesemua sampel. Nilai kekuatan adalah berkaitan dengan keliangan yang hadir dalam KML tersebut. Keliangan yang dikesan kemungkinan disebabkan oleh terdapatnya liang-liang mikro antara gentian dan bahan matriks seperti yang ditunjukkan dalam Rajah 3.298. Keliangan jelasnya mempengaruhi sifat mekanik KML yang dihasilkan seperti kekuatan alah dan Modulus Young.

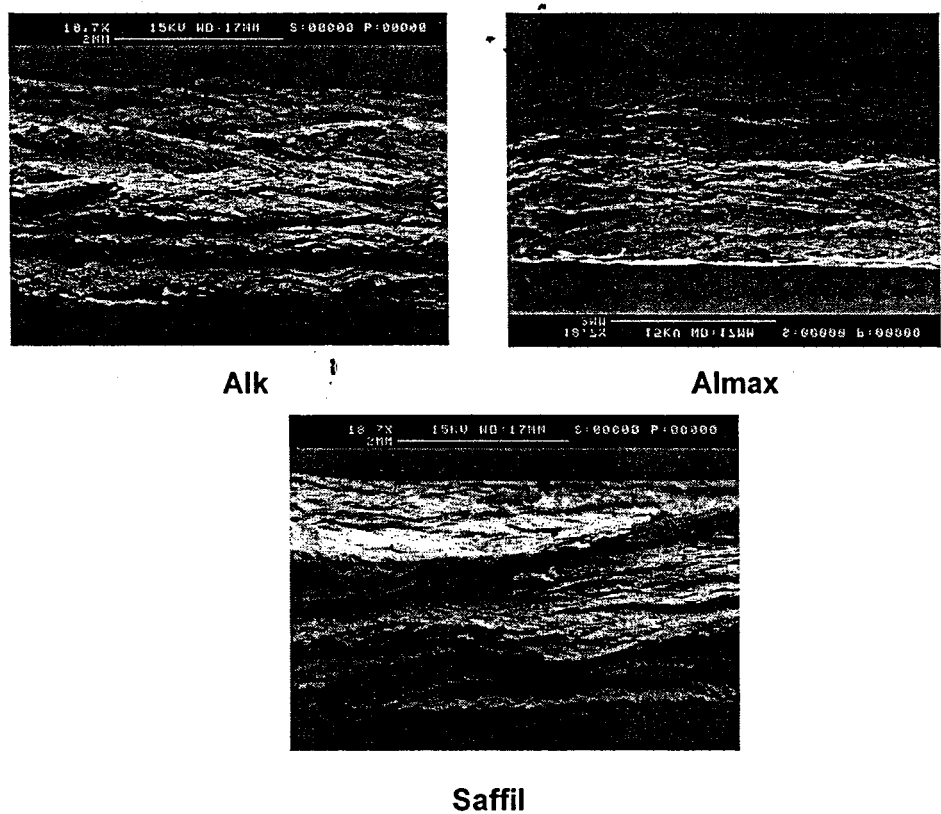


Rajah 4.29: Kewujudan liang-liang makro dalam KML dengan Alk.

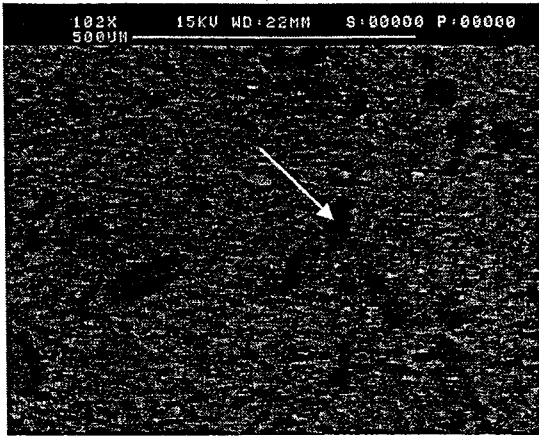
Secara umumnya penambahan tetulang alumina dalam matriks aluminium boleh meningkatkan kekerasan. Ini kerana, tetulang alumina tersebut bertindak sebagai penghalang kepada perambatan kehelan dalam matriks aluminium yang akan menyumbang kepada peningkatan kekerasan. Saiz dan kehomogenan tetulang adalah saling berkait rapat kerana secara umumnya darjah kehomogenan boleh ditingkatkan dengan menggunakan tetulang yang lebih halus, suhu pensinteran yang lebih tinggi dan tempoh pensinteran yang lebih lama, sebagaimana yang telah dilaporkan dalam kajian terdahulu [German, 1997; Khairul Rafezi, et. al, 2003a].

4.3.2.6 Analisis Mikrostruktur

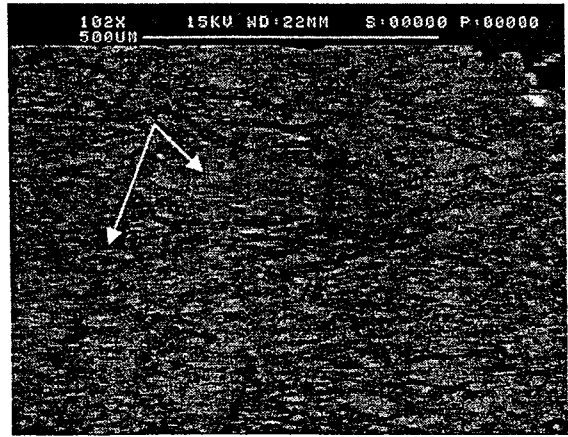
Analisis mikrostruktur dijalankan pada permukaan patah dan permukaan semua sampel yang telah disinter dan kemudiannya digilap, bagi melihat fenomena patah yang wujud serta taburan tetulang dalam matrik aluminium. Hasil mikrostruktur sampel patah yang diperolehi ditunjukkan dalam Rajah 4.32 manakala Rajah 4.33 adalah mikrostruktur permukaan gilap.



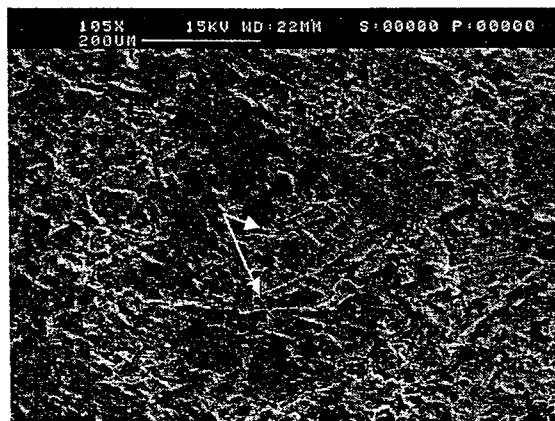
Rajah 4.32: Keputusan SEM pada sampel patah komposit dengan gentian yang berbeza menunjukkan pelapisan berlaku pada kesemua sampel.



Alk



Almax



Rajah 4.33: Mikrograf SEM pada sampel gilap menunjukkan taburan gentian pada permukaan KML yang telah disinter (anak panah menunjukkan antara gentian yang boleh dikesan).

Permukaan patah yang dikaji menunjukkan fenomena pelapisan berlaku pada setiap sampel yang dihasilkan (Rajah 4.32). Menurut kajian terdahulu, fenomena pelapisan berlaku disebabkan oleh tekanan pemadatan yang terlalu tinggi. Namun dalam kajian ini, tekanan pemadatan telah ditetapkan kepada 210 MPa iaitu tekanan optimum sebagaimana yang digunakan oleh Mohd Nazree dan rakan-rakan (2003) di mana pengaruh tekanan pemadatan tidak dikaji bagi mengelakkan skop kajian menjadi lebih besar. Rajah 4.33 pula menunjukkan taburan gentian pada permukaan KML yang dihasilkan. KML menggunakan gentian yang dihasilkan dari kajian (Alk) menunjukkan gentian yang berbentuk partikel dengan taburan serta orientasi yang tidak seragam. Berbeza dengan sampel KML yang lain, KML dengan gentian komersial (Almax dan Saffil) memberikan taburan serta orientasi yang seragam.

Gentian yang telah berubah bentuk kepada bentuk partikel adalah disebabkan gentian yang digunakan telah hancur atau patah semasa proses pencampuran serta pembentukan komposit. Ini adalah kerana gentian yang dihasilkan dari kajian adalah terdiri daripada hanya fasa alfa dengan saiz butir yang besar yang menyebabkan gentian bersifat rapuh. Apabila melalui proses pencampuran dengan bahan matriks yang melibatkan pengadukan, gentian tersebut berkemungkinan patah atau hancur. Sebagaimana yang telah dinyatakan oleh Akbulut dan Durman (1999) dalam kajian mereka, gentian yang dihasilkan boleh mengalami patah semasa proses pengadukan atau pun semasa pemadatan bagi membentuk komposit. Ketidakteraturan dari segi taburan dan orientasi mungkin disebabkan oleh proses pencampuran yang tidak seragam. Kekuatan KML juga sangat bergantung kepada orientasi serta panjang gentian. Oleh itu, orientasi gentian serta gentian yang bukan lagi panjang dipercayai telah menurunkan kekuatan KML yang dihasilkan.

5. KESIMPULAN

5.1 Kesimpulan

Kajian ini telah berjaya menemui satu kaedah baru bagi menghasilkan gentian α -alumina menggunakan sistem aluminium isopropoksida (ALP) dengan bahan mula dalam bentuk serbuk. Dengan ini kajian telah membuktikan bahawa penemuan sebelum ini yang menyatakan bahawa sistem isopropoksida dengan bahan mula serbuk adalah tidak sesuai untuk menghasilkan gentian, adalah tidak benar. Berbanding dengan bahan mula alkoksida yang biasa digunakan iaitu aluminium butoksida sekunder (ALBS), ALP adalah lebih murah dan lebih selamat digunakan. Kajian keterlarutan ALP menunjukkan dari kesemua pelarut yang dikaji, pelarut yang boleh melarutkan ALP dengan lengkap hanyalah sol akues aluminium nitrat nonahidrat. Oleh itu kajian lebih mendalam dijalankan ke atas komposisi ALP-ALN yang sesuai telah dijalankan. Daripada keseluruhan komposisi yang dikaji, komposisi yang berjaya menghasilkan sol bolehmejam hanyalah dengan nisbah molar $\text{ALP}:\text{ALN} = 3$. Ia juga memerlukan tempoh adukan selama 24 jam. Sol ini bersifat Newtonan di awal penghasilan sehinggalah mencapai kelikatan bolehmejam iaitu 70P. Kajian ini menunjukkan bahawa kaedah ini telah berjaya menghasilkan gentian, tetapi julat kerjanya adalah kecil dan sensitif.

Gentian anum yang dihasilkan daripada sol bolehmejam dikalsin/sinter pada suhu antara 500 - 1200°C untuk melihat perubahan fasa yang berlaku serta mengesan kewujudan fasa α yang amat penting untuk kegunaan dalam sistem komposit. Analisis fasa (XRD) membuktikan perubahan fasa yang berlaku adalah sebagaimana yang telah diperolehi dalam kajian sebelum ini dan kewujudan fasa α pada suhu 1100 °C dan kekal stabil pada suhu melebihi 1200°C. Kajian mikrostruktur (SEM) menunjukkan sifat gentian yang baik iaitu mempunyai sifat kebolehpegangan dan bolehlentur yang baik serta mempunyai permukaan yang licin. Ia juga memberikan saiz diameter yang hampir seragam (10 – 20 μm) serta saiz butir antara 2 – 3 μm . Kesemua ini merupakan sifat yang perlu ada pada gentian yang akan digunakan sebagai tetulang dalam sistem komposit.

Penghasilan KML adalah menggunakan bahan matriks aluminium pada nisbah peratus berat gentian dengan matriks sebanyak 10:90 dan parameter penghasilan yang telah dibuktikan menghasilkan sifat mekanik yang optimum sebagaimana yang telah

digunakan oleh kajian terdahulu. Pencirian ke atas KML menunjukkan keupayaan gentian yang dihasilkan adalah hampir setanding dengan KML menggunakan gentian dari sumber-sumber lain termasuk gentian komersial. Sifat-sifat mekanik yang dikaji iaitu Modulus Young, kekuatan alah dan kekerasan didapati tidak jauh berbeza berbanding dengan KML yang menggunakan gentian lain.

Oleh itu objektif penyelidikan yang telah ditetapkan telah tercapai dan gentian yang dihasilkan berpotensi untuk dimaju serta dikomersialkan.

RUJUKAN

- Allahverdi, M., Drew, R.A.L. & Strom-Olsen, J. (1995), Melt Extraction And Properties Of ZrO_2 - Al_2O_3 Based Fibres, *Ceramic Engineering & Science Proceeding*, 16, 5 – 6, ms. 1015.
- Akbulut, H. & Durman, M., (1999), Temperature Dependent Strength Analysis Of Short Fiber Reinforced Al-Si Metal Matrix Composites, *Materials Science and Engineering*, A262, ms. 214-216.
- ASTM C 1161 (1994), Standard Test Method For Flexural Strength Testing Of Advanced Ceramics At Ambient Temperature In *Annual Book of ASTM Standard*, ASTM, USA.
- ASTM D 1824 (1999), Standard test method for apparent viscosity of plastisols and organosols at low shear rate' in *Annual Book of ASTM Standard*, vol. 06.01, ASTM, USA, ms. 432-434.
- ASTM D 4212 (1998), Standard Test Method For Viscosity By Dip-Type Viscosity Cups In *Annual Book Of ASTM Standard*, vol. 06.01, ASTM, USA, ms. 476-481.
- ASTM E 92-82 (1990), Standard Test Method For Vicker's Hardness Of Metallic Materials In *Annual Book Of ASTM Standard*, vol. 03.01, ASTM,USA, ms. 262-270.
- Barsoum, M. W (1997), *Fundamental of Ceramics*, International ed., Mc Graw Hill, U.S, ms. 2.
- Birchall, J.D (1983), The Preparation And Properties Of Polycrystalline Aluminium Oxide Fibres, *Transaction Journal of British Ceramic Society*, 82, 143-145.
- Bunsell, A.R (1992), Ceramic Fibers For Reinforcement, in *Ceramic Matrix Composites*, ed. Warren, R. Blackie, London, ms. 12 - 13.
- Bunsell, A.R. & Berger, M.H., (2000), Fine Ceramic Fibers, *Journal of European Ceramic Society*, 20, 2249-2260.
- Callister, W. D., (1996), *Materials Science and Engineering An Introduction*, 4th Edition, John Wiley & Son, USA, ms. 58.

Clyne, T. W., (2000), An Introductory Overview Of MMC Systems, Type And Developments, in *Comprehensive Composite Material*, ed. Clyne, T. W., Elsevier, UK, ms 211 –213.

German, R. M., (1997). *Powder Metallurgy Science*, 2nd edn. New Jersey: Metal Powders Industries Federation.

Hyuk-Joon Y., Jin, W.J., lu, T.K & Kug, S.H (1999), Temperature Formation Of α -Alumina By Doping Of An Alumina Sol, *Journal of Colloid and Interface Science*, 211, 110-113.

Julie Juliewatty, Shamsul Baharin Jamaludin & Zainal Arifin Ahmad (2003), The Effect Of Compaction Pressure On The Microstructures And Bulk Density Of Zinc Metal Matrix Compoite Via Powder Metallurgy, *Electron Microscopy Society Malaysia*, Proceeding 12nd Conference, Kedah, Malaysia, ms. 109 – 122.

Kaczmar, J.W. & Kainer, K.U, (1992), Effect Of Alumina Fiber Content On Properties Of PM 6061 Aluminium Alloy Based Composite Materials, *Powder Metallurgy*, Vol.35 [2].

Khairul Rafezi, A., Shamsul, J.B., Luay, B. H. & Zainal, A. A. (2003a), Preliminary Study Of Aluminum Metal Matrix Composite Reinforced With Alumina Particle Via P/M Route, *Proceeding of The 3rd Recent in Advances Material, Minerals and Environment 2003*, Penang, Malaysia, ms. 391 – 394.

Khairul Rafezi, A., Shamsul, J.B., Luay, B. H. & Zainal, A. A. (2003b), The Effect Of Reinforcement Particle Size On The Microstructure And Hardness Of Al/(Al₂O₃) Composite via P/M Route, *Electron Microscopy Society Malaysia*, Proceeding 12nd Conference, Kedah, Malaysia, ms. 109 – 122.

Ki, C. S., (1998), Preparing Of Mullite Fiber From Al. Isopropoxide - Al. Nitrate Tetraethylorthosilicate Solutions By Sol-Gel Method, *Materials Letter*, 35, ms. 290-296.

Lindroos, V.K. & Talvitic, M.J., (1995), Recent Advances In Metal Matrix Composites, *Journal Of Materials Processing Technology*, 53, 273-284.

- Martinez-Flores, E., Negrete, J. & Torres V. G. (2003), Structure and Properties of Zn-Al-Cu Alloy Reinforced with Alumina Particles, *Materials and Design*, Vol. 24: ms 281-286.
- McColm, I. J & Clark, N. J (1988), *Forming, Shaping And Working Of High Performance Ceramic*, Blackie, London, ms. 164.
- McColm, I. J (1994), *Dictionary Of Ceramic Science And Engineering*, Second edition,, Plenum Press, New York, ms. 50, 59, 292.
- Mohd Nazree D., Zainal A. A., Luay, B. H. & Nurulakmal, M. S., (2003), The Effect Of Sintering Time On Hardness And Microstructure Of Aluminium Reinforced With 10 wt % Al_2O_3 Saffil™, *Electron Microscopy Society Malaysia, Proceeding 12nd Conference*, Kedah, Malaysia in CDR.
- Mutsuddy, B.C & Ford, R.G, (1995), *Ceramic Injection Moulding*, Chapman dan Hall, London. ms. 245 – 250.
- Pagounis, E. & Lindross, V. K, (1998), Processing And Properties Of Particulate Reinforced Steel Matrix Composites, *Materials Science and Engineering*, A246 (1998), ms. 211-234.
- Quenisset, J. M., (1989), Inorganic Matrix Composites in *Advanced Composites* ed. Partridge, I.K, Elsevier Science, ms. 197-247.
- Radmila, J. & Radoslav, A.,(2001),*Influence Of Formation And Precursor Viscosity On Mean Diameter Formed Using The Rotating Disc Method, *Material Letters*, 42, ms. 350-355.
- Ramanan, V. & Sutapa, R. R (2000), Effect Of Organic Additive On The Properties Of Sol-Gel Spun Alumina Fibres, *Journal of European Ceramic Society*, 20, 2543-2549.
- Sakka, S. & Kozuka, H.; (1988), Rheology Of Sols And Fibre Drawing, *Journal Of Non-Crystalline Solids*, 100, 142-53.
- Samuel, M. (2003), Reinforcement Of Recycled Aluminium Alloy Scrap With Saffil Ceramic Fibers, *Journal of Material Processing Technology*, 142, 295-306.

- Sivarajan, R., Elena, S., Barnel, C., Rachman, C. & Aharon, G., (2000), Nanocrystalline γ -Alumina Synthesized By Sonohydrolysis Of Alkoxide Precursor In The Presence Of Organic Acids: Structure And Morphological Properties, *Journal Of American Ceramic Society*, vol.83, 1.
- Sowman, H. G. & Johnson, D. D., (1985), Ceramic oxide fibres, *Ceramic Engineering Science Proceeding*, 6, ms. 1221-1230.
- Sowman, H. G. (1988a), A New Era In Ceramic Fibers Via Sol-Gel Technology, *Ceramic Bulletin*, Vol. 67, No.12, ms. 1911-1916.
- Stacey, M.H., (1988), Development In Continous Alumina-Based Fibre, *British Ceramic Transaction Journal*, 87, 168-172.
- Venkatesh, R. & Ramanan S. R., (2002), Influence Of Processing Variables On The Microstructure Of Sol-Gel Spun Alumina Fibres, *Materials Letters*, Vol. 55, Issue 3, ms. 189-195.
- Wilson, D.M. & Visser, L.R., (2001), High Performance Oxide Fiber Fort Metal Dan Ceramic Composites, *Composite: Part A*, 32, ms. 1143-1153.

304.PBAHAN.6035202

JUMLAH GERAN :- 19,236.00

NO PROJEK :-

PAJEL :- JPENDEK

PENCASTILAN GENTIAN X-412 Q3 TULEN BAGI APLIKASI KOMPOSIT

PENAJA :- JANGKA PENDEK

<u>Vot</u>	<u>Peruntukan</u> (a)	<u>Perbelanjaan sehingga 31/12/2007</u> (b)	<u>Tanggungan semasa 2008</u> (c)	<u>Perbelanjaan Semasa 2008</u> (d)	<u>Jumlah Perbelanjaan 2008 (c + d)</u>	<u>Jumlah Perbelanjaan Terkumpul (b+c+d)</u>	<u>Baki Peruntukan Semasa 2008 (a-(b+c+d))</u>
11000 GAJI KAKITANGAN AWAM	8,536.00	2,117.89	0.00	0.00	0.00	2,117.89	6,418.11
21000 PERBELANJAAN PERJALANAN DAN SARAH	1,500.00	3,823.00	0.00	0.00	0.00	3,823.00	(2,323.00)
23000 PERHUBUNGAN DAN UTILITI	100.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	100.00
26000 BAHAN MENTAH & BAHAN UNTUK PENYEL	3,000.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	3,000.00
27000 BEKALAN DAN ALAT PAKAI HABIS	4,500.00	8,326.44	780.00	579.00	1,359.00	9,685.44	(5,185.44)
28000 PENYELENGGARAAN & PEMBAIKAN KECIL	500.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	500.00
29000 PERKHIDMATAN IKTISAS & HOSPITALITI	1,100.00	2,359.45	0.00	520.00	520.00	2,879.45	(1,779.45)
	19,236.00	16,626.78	780.00	1,099.00	1,879.00	18,505.78	730.22
Jumlah Besar	19,236.00	16,626.78	780.00	1,099.00	1,879.00	18,505.78	730.22

